

50X1-HUM

INFORMATION REPORT INFORMATION REPORT

CENTRAL INTELLIGENCE AGENCY

This material contains information affecting the National Defense of the United States within the meaning of the Espionage Laws, Title 18, U.S.C. Secs. 793 and 794, the transmission or revelation of which in any manner to an unauthorized person is prohibited by law.

C-O-N-F-I-D-E-N-T-I-A-L

50X1-HUM

COUNTRY USSR

REPORT

SUBJECT Soviet Scientific Publications

DATE DISTR. 23 January 1961

NO. PAGES 1

REFERENCES RD

DATE OF INFO.

PLACE & DATE ACQ.

50X1-HUM

THIS IS UNEVALUATED INFORMATION. SOURCE GRADINGS ARE DEFINITIVE. APPRAISAL OF CONTENT IS TENTATIVE.

Russian-language scientific publications

50X1-HUM

- a. Teplotekhnicheskiye Metody Ratsionalnoy Organizatsii Vodnogo Rezhima Atomnykh Elektrostantsiy (Thermoengineering Methods of Rational Organization of the Water System of Atomic Electric Power Plants), by T. Kh. Margulova, published by the Moscow Order of Lenin Energetics Institute, 1959.
- b. Issledovaniye Protsessa Khlorirovaniya Okisi. Toriya Rasplavlennoy Smesyu Khloristogo Alyuminiya s Khloristym Ammoniyem (Investigation of a Process of Chlorination of Thorium Oxide by a Molten Mixture of Aluminum Chloride with Ammonium Chloride), dissertation for the degree of kandidat of technical science, by Li Yu Sob, published by the Order of Lenin Institute of Chemical Technology i/n D.I. Mendeleev, Moscow, 1959.
- c. Praktikum po Primeneniyu Izotopov i Izlucheniya v Selskom Khozyaystve (Practical Work in Utilization of Isotopes and Radiation in Agriculture), published by the Moscow Order of Lenin Agricultural Academy i/n K.A. Timiryazev (Radioisotope Laboratory):
 - (1) No. 1 (1959), Radiometriya (Radiometry), Part I, by A.O. Furman.
 - (2) No. 2 (1960), Radiometriya (Radiometry), Part II, by A.O. Furman.
 - (3) No. 4 (1959), Tekhnika Zashchity pri Rabote s Radioaktivnymi Veshchestvami (Technique of Protection During Work with Radioactive Materials), by V.V. Rachinskiy, A.G. Treshchov, I.V. Kolosov, and T.P. Shitt.
 - (4) No. 5 (1960), Radiokhimiya (Radiochemistry), by V.V. Rachinskiy, A.G. Treshchov, and I.V. Kolosov.

2. When removed from the covering report, the publications are UNCLASSIFIED.

50X1-HUM

C-O-N-F-I-D-E-N-T-I-A-L

STATE	X	ARMY	X	NAVY	X	AIR	X	NSA	X	OCR	X	NIC	X		
(Note: Washington distribution indicated by "X"; Field distribution by "#")															

INFORMATION REPORT INFORMATION REPORT

МИНИСТЕРСТВО ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ СССР

**Московский ордена Ленина химико-технологический институт
имени Д. И. Менделеева**

На правах рукописи

Аспирант ЛИ Ю СОБ

**ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА ХЛОРИРОВАНИЯ ОКИСИ ТОРИЯ
РАСПЛАВЛЕННОЙ СМЕСЬЮ ХЛОРИСТОГО АЛЮМИНИЯ
С ХЛОРИСТЫМ АММОНИЕМ**

А В Т О Р Е Ф Е Р А Т

диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Научный руководитель — доктор химических наук,
профессор О. Е. Звягинцев

Москва — 1959 год

В КНДР имеются крупные запасы монацитовых песков, имеющих промышленное значение для атомной энергетики с использованием тория. Перспективным энергетическим типом реактора является гомогенный ториевый реактор, в котором торий используется в виде суспензий либо ThO_2 , либо Th_3Bi_5 .

Техническое оформление энергетического реактора на суспензии ThO_2 проще, чем реактора на Th_3Bi_5 .

Изучение вопросов, связанных с переработкой облученной окиси тория, является для нашей страны весьма актуальной проблемой.

Переработка облученной окиси тория в настоящее время производится исключительно мокрым способом, состоящем из операций растворения ThO_2 в тех или иных минеральных кислотах и из операций дальнейшей переработки полученного раствора методами экстракции, ионообменной сорбции и соосаждения.

Однако, все существующие способы передела облученной окиси тория обладают теми или иными недостатками, главным из которых является невозможность с их помощью перерабатывать мало-выдержанные (меньше 100 дней) ториевые материалы и, следовательно, невозможность получить делящийся изотоп урана-233 без примеси изотопа урана-232.

В связи с этим целесообразно было изучить пирохимический способ передела окиси тория с тем, чтобы с его помощью обрабатывать облученные ториевые материалы с любой выдержкой.

В качестве такового нами был выбран процесс хлорирования окиси тория в расплавах $\text{AlCl}_3\text{—NH}_4\text{Cl}$ с последующей дистилляцией хлоридов и были изучены условия для осуществления этого процесса.

Первая часть диссертации представляет литературный обзор по следующим вопросам: применение окиси тория для получения U^{233} , технологические процессы переработки облученной окиси тория, хлорирование окислов и концентратов ряда элементов (осколочных элементов, тория и урана), физико-химические свойства хлоридов некоторых элементов (осколочных элементов, тория и урана) и использование принципа дистилляции галогенидов в технологии ядерного горючего.

В экспериментальной части диссертации, состоящей из 4 глав, изложены результаты опытного исследования процессов хлорирования двуокиси тория и дистилляции хлоридов различных элементов.

Во второй главе приведены данные о плавкости и летучести в системе $\text{AlCl}_3\text{—NH}_4\text{Cl}$ (в широком интервале концентраций — от 40 до 80 мол. % AlCl_3); диаграмма плавкости в указанной системе была изучена методом термического анализа и были получены весьма близкие к данным Киндаля результаты; давление насыщенных паров над расплавами $\text{AlCl}_3\text{—NH}_4\text{Cl}$ было определено статическим методом.

На основании экспериментальных данных были получены эмпирические уравнения для давления насыщенных паров. С помощью этих уравнений были рассчитаны теплоты испарения расплавов и температуры, при которых давление паров достигает одной атмосферы.

Для расплава 50 мол. % AlCl_3 получено близкое к данным Морозова значение температуры кипения (420°C).

Глава III посвящена изучению некоторых вопросов химизма хлорирования окиси тория расплавами $\text{AlCl}_3\text{—NH}_4\text{Cl}$.

На основе литературных данных предполагалось, что в процессе хлорирования окиси тория расплавами $\text{AlCl}_3\text{—NH}_4\text{Cl}$ образуются оксихлориды тория и алюминия. Для подтверждения указанного предположения нужен был надежный метод анализа, позволяющий идентифицировать указанные оксихлориды.

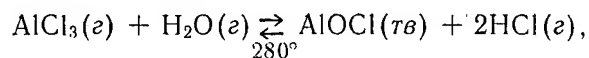
В связи с этим прежде всего было необходимо выяснить свойства оксихлорида алюминия, так как свойства оксихлорида тория были известны.

Термодинамические характеристики оксихлорида алюминия были получены с помощью приближенного метода Карапетянца на основе данных для LaOCl , SmOCl и GdOCl .

Экспериментально оксихлорид алюминия был получен высокотемпературным гидролизом AlCl_3 с помощью перегретого водяного пара.

Термодинамическим расчетом была определена максимально допустимая температура для реакции высокотемпературного гидролиза AlCl_3 , равная 300°C .

Результаты анализа показали, что в условиях проведенных опытов протекает реакция:



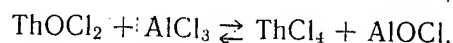
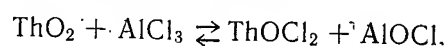
в строго стехиометрическом соотношении. Показано, что оксихлорид алюминия не растворим в абсолютном спирте.

На основании установленных данных о растворимости оксихлорида алюминия в азотной кислоте и нерастворимости в абсолютном спирте была разработана схема анализа продуктов реакции хлорирования окиси тория в расплавах $\text{AlCl}_3\text{—NH}_4\text{Cl}$.

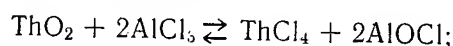
Полученные растворы анализировались на содержание Th^{+4} , Al^{+3} , Cl^- и NH_4^+ .

Результаты анализа показали, что:

а) реакция хлорирования окиси тория в расплаве $\text{AlCl}_3 - \text{NH}_4\text{Cl}$ протекает по следующей схеме:



а также, возможно, по реакции



б) с повышением температуры все большая часть оксихлорида тория превращается в ThCl_4 и при температурах выше 400°C почти отсутствует ThOCl_2 ;

в) образования окиси алюминия не наблюдалось вплоть до температуры 400° .

Глава IV посвящена изучению условий процесса хлорирования окиси тория в расплавах $\text{AlCl}_3 - \text{NH}_4\text{Cl}$.

Процесс хлорирования проводился в жаростойких стеклянных пробирках, нагреваемых цилиндрической печью.

Навеска окиси тория, прокаленная при $1100 - 1200^\circ$ в течение 4 часов и измельченная до размера 0,50 мм, составляла в среднем 500 мг.

Анализ продуктов хлорирования проводился радиометрическим методом с помощью ИХ-1, выделенного из естественного урана.

На основе радиометрического анализа активности раствора и осадка, полученных в результате реакции, был определен выход хлорида тория:

$$B (\%) = \frac{A_p}{A_o + A_p} \cdot 100\%,$$

где A_o — радиоактивность осадка, A_p — радиоактивность фильтра.

В качестве основных факторов, определяющих процесс хлорирования, были изучены следующие: температура и время хлорирования, состав расплава, количественное соотношение расплава и окиси тория, размер частиц ThO_2 .

Кроме того, было проведено хлорирование окиси тория в расплавах $\text{AlCl}_3 - \text{NH}_4\text{Cl}$ с добавкой углерода.

На основании экспериментальных данных о влиянии времени хлорирования на выход хлоридов тория был определен порядок реакции хлорирования окиси тория в расплавах $\text{AlCl}_3 - \text{NH}_4\text{Cl}$; Последний оказался равным двум. Это обстоятельство лишний раз подтверждает правильность двухстадийного механизма хлорирования окиси тория в расплавах $\text{AlCl}_3, \text{NH}_4\text{Cl}$.

Из данных по температурной зависимости выхода хлоридов тория были определены эмпирические константы в уравнении Аррениуса (т. е. $\ln K = -\frac{E}{RT} + C$, где K — константа скорости реакции; E и C — постоянные величины).

Далее, из наклона полученных кривых $\ln K - \frac{1}{T}$ найдены значения энергии активации для реакции хлорирования окиси тория в расплавах различного состава (40, 50, 60, 70 и 80 мол. % AlCl_3).

Сопоставление рассчитанных значений энергий активации с температурами плавления и температурами начала реакций хлорирования в расплавах различного состава показали, что указанные величины соответствуют друг другу.

Из экспериментальных результатов были сделаны следующие выводы о влиянии температуры на процесс хлорирования:

- а) выше температуры плавления смеси $\text{AlCl}_3\text{—NH}_4\text{Cl}$ наблюдается скачкообразное увеличение температурного эффекта;
- б) с накоплением продуктов хлорирования влияние температуры постепенно падает;
- в) оптимальными температурами хлорирования являются: 380—400°C для расплавов с 60, 50 и 40 мол. % AlCl_3 и 330—350°C для расплавов с 80 и 70 мол. % AlCl_3 .

Экспериментальные результаты о влиянии времени хлорирования на выход хлоридов показывают закономерное увеличение инкубационного периода с понижением температур и в зависимости от состава расплавов $\text{AlCl}_3\text{—NH}_4\text{Cl}$.

Последнее обстоятельство объясняется нами разницей в энергиях активации хлорирования в расплавах различного состава.

Заниженное значение энергии активации, по нашему мнению, связано с падением кажущейся энергии активаций за счет диффузионного эффекта.

Далее, было сделано заключение о том, что хлорирование 500 миллиграммового количества окиси тория во всех расплавах заканчивается примерно за 60 минут.

Результаты исследования о влиянии состава расплавов $\text{AlCl}_3\text{—NH}_4\text{Cl}$ показали, что в расплаве с 80 мол. % AlCl_3 можно хлорировать ThO_2 уже при 250°C, однако, этот расплав, обладая заметной активностью при умеренных температурах, не может хлорировать окись тория с большим выходом при высоких температурах. В расплаве же 50 мол. % AlCl_3 , не улетучивающемся вплоть до высоких температур, можно хлорировать двуокись тория практически до 100%-ного выхода. Остальные расплавы, в зависимости от их температуры плавления, ведут себя подобным образом.

Таким образом, максимально достижимые значения выхода хлорида тория ограничены возможностью перегрева расплавов т. е. их летучестью.

Результаты по исследованию влияния количественного соотношения расплава $\text{AlCl}_3\text{—NH}_4\text{Cl}$ и окиси тория показали, что чем больше расплава по сравнению с окисью тория, тем выше выход хлоридов тория и, что для удовлетворительного хлорирования окиси тория достаточно 8 кратное количество расплава.

По мере измельчения окиси тория выход хлорирования заметно увеличивается вплоть до размера частиц ThO_2 порядка 1 мм, дальнейшее измельчение мало сказывается на выходе хлоридов тория. Поэтому для практических целей хлорирования достаточно измельчить двуокись тория до размеров частиц 0,5 — 1,0 мм.

Во всех случаях хлорирования ThO_2 расплавами $\text{AlCl}_3\text{—NH}_4\text{Cl}$ влияния углерода отмечено не было, что, по нашему мнению, объясняется следующими причинами: во-первых, при умеренных температурах (ниже 500°C) углерод как восстановитель является малоактивным веществом, во-вторых, поскольку в нашем случае хлорирующим реагентом является не свободный хлор, а соединение AlCl_3 , то в самом процессе хлорирования образуется восстановитель — алюминий, причем намного более активный, чем углерод.

С целью выяснения возможности использования процесса дистилляции хлоридов в технологии ядерного горючего была изучена дистилляция хлоридов некоторых осколочных элементов (глава V).

Для выяснения поведения отдельных осколочных элементов в процессе хлоридной дистилляции опыты сначала проводились с торием, помеченным отдельными изотопами (Zr^{95} , Nb^{95} , Te^{127} и Ru^{106}), и только после этого были проведены опыты с облученной окисью тория.

Процесс проводился в пробирках, помещенных в герметически закрытую электропечь.

Отходящие из печи газы улавливались в поглотителях, заполненных смесью активного угля, сухой щелочи (KOH) и CaCl_2 .

Процесс дистилляции хлоридов проводился сразу после хлорирования окиси тория в условиях удаления паров из сосуда с помощью вакуум-насоса.

На основе полученных результатов анализа был определен основной параметр, характеризующий процесс хлоридной дистилляции в целом, а именно степень улетучивания хлоридов:

$$V'(\%) = \frac{A_{\text{л}}}{A_0 - A_{\text{ос}}}} \cdot 100\%,$$

где $A_{\text{л}}$ — радиоактивность улетучившейся части хлоридов;

$A_{\text{ос}}$ — радиоактивность осадка;

A_0 — суммарная радиоактивность исходного препарата.

Поскольку непосредственное определение количества (A_d) хлоридов в возгоне затруднено из-за сложности четкого выделения микроконденсата хлоридов из приемника, то в нашем случае она определялась по разности:

$$A_d = A_o - A_{нх} - A_{нл},$$

где $A_{нл}$ — активность не улетучившейся части хлорида рассматриваемого элемента, равная активности раствора.

Из многих факторов, влияющих на степень улетучивания хлоридов, нами были изучены лишь следующие:

- а) температура нагревания;
- б) время дистилляции и
- в) состав расплава $AlCl_3-NH_4Cl$.

Для обсуждения полученных экспериментальных данных нами было выведено уравнение:

$$V'(\%) = 100 \cdot [1 - e^{-c \cdot t \cdot T^{-\frac{1}{2}} e^{-\frac{\lambda}{T}}}] \%,$$

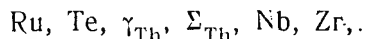
где $V'(\%)$ — степень улетучивания хлоридов (%); t — время дистилляции (мин.); $\lambda = \frac{L}{R}$; L — молярная теплота испарения (кал/моль); T — абсолютная температура; c — постоянная величина.

При выводе указанного уравнения мы исходили из дифференциального уравнения Лангмюра, ориентируясь на то обстоятельство, что условия опыта были весьма близки к случаю определения давления насыщенных паров по динамическому методу Лангмюра.

Действительно, экспериментальные данные хорошо описывались выведенным уравнением как в зависимости от температуры, так и в зависимости от времени дистилляции.

На основе полученных эмпирических уравнений были рассчитаны теплоты испарения хлоридов (Zr, Nb, Te) из различных расплавов.

Из сравнения кривых улетучивания хлоридов различных элементов можно видеть, что исследованные элементы по возрастающей степени улетучивания их хлоридов располагаются в следующем ряду:



где γ_{Th} и Σ_{Th} — γ активность и суммарная активность облученного тория.

Тот факт, что ниобий улетучивается гораздо труднее, чем цирконий (несмотря на $t_{кип} NbCl_5 < t_{кип} ZrCl_4$), может быть объяснен либо образованием труднолетучих комплексных соединений $NbCl_5$ и NH_4Cl , либо образованием оксихлорида ниобия ($NbOCl_3$).

Выводы

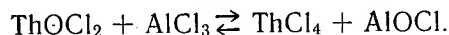
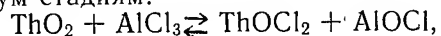
1. Методом термического анализа была изучена диаграмма плавкости в системе $\text{AlCl}_3 - \text{NH}_4\text{Cl}$ и получены близкие к данным Киндаля результаты.

2. Статическим методом определения давления насыщенных паров изучена летучесть расплавов в системе $\text{AlCl}_3 - \text{NH}_4\text{Cl}$, найдена верхняя кривая в диаграмме состав — давление, а также получена температура кипения для расплава 50 мол. % AlCl_3 , близкая к данным Морозова.

3. С помощью высокотемпературного гидролиза хлористого алюминия перегретым водяным паром был получен оксихлорид алюминия.

4. На основании установленной экспериментальным путем растворимости оксихлорида алюминия в азотной кислоте и нерастворимости в абсолютном спирте была разработана методика химического анализа растворов, содержащих ионы Th^{+4} , Al^{+3} , NH_4^+ и Cl^- .

5. Был изучен химизм процесса хлорирования окиси тория в расплавах $\text{AlCl}_3 - \text{NH}_4\text{Cl}$; установлено, что указанный процесс протекает по двум стадиям:



6. Была изучена кинетика процесса хлорирования окиси тория в расплавах $\text{AlCl}_3 - \text{NH}_4\text{Cl}$ и были установлены следующие оптимальные условия для хлорирования окиси тория с выходом не менее 95%: состав расплава — от 60 до 40 мол. % AlCl_3 ; температура — не ниже 400°C ; время хлорирования — не менее 60 минут; количественное соотношение расплава к ThO_2 — $8 \div 10$; размер частиц окиси тория — $0,25 \pm 0,5$ мм.

7. На основе рассчитанных значений энергии активации было выяснено закономерное изменение инкубационного периода и температуры начала реакций хлорирования окиси тория в зависимости от содержания AlCl_3 в расплавах.

8. Было изучено влияние температуры, времени и состава расплавов $\text{AlCl}_3 - \text{NH}_4\text{Cl}$ на степень улетучивания индивидуальных хлоридов циркония, ниобия, теллура и рутения, а также на процесс дистилляции хлоридов облученного тория.

9. На основе сопоставления экспериментальных данных по улетучиванию хлорида ниобия и хлоридов различных элементов из облученного тория был сделан вывод о том, что сходство этих хлоридов при улетучивании обусловлено близкими к хлориду ниобия свойствами хлорида протактиния, представляющего основную часть радиоактивности облученного тория.

10. В качестве оптимальных условий для удовлетворительного улетучивания хлоридов осколочных элементов установлены следующие:

температура — $400 \div 450^{\circ}\text{C}$,
время дистилляции — $120 + 180$ минут,
состав расплава — 70 мол. % AlCl_3 .

**МИНИСТЕРСТВО ВЫСШЕГО И СРЕДНЕГО СПЕЦИАЛЬНОГО
ОБРАЗОВАНИЯ РСФСР**

МОСКОВСКИЙ ордена ЛЕНИНА ЭНЕРГЕТИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ

Кафедра атомных электростанций

Т. Х. МАРГУЛОВА

**ТЕПЛОТЕХНИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ РАЦИОНАЛЬНОЙ
ОРГАНИЗАЦИИ ВОДНОГО РЕЖИМА АТОМНЫХ
ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ**

Москва

1959

МИНИСТЕРСТВО ВЫСШЕГО И СРЕДНЕГО СПЕЦИАЛЬНОГО
ОБРАЗОВАНИЯ РСФСР

МОСКОВСКИЙ ордена ЛЕНИНА ЭНЕРГЕТИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ

Кафедра атомных электростанций

Т. Х. МАРГУЛОВА

ТЕПЛОТЕХНИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ РАЦИОНАЛЬНОЙ
ОРГАНИЗАЦИИ ВОДНОГО РЕЖИМА АТОМНЫХ
ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ

1. Введение

Водный режим атомных станций в значительной мере определяет надежность их работы. Основное требование к водному режиму — отсутствие отложений (накипь, продукты коррозии, шлам) на поверхностях нагрева и особенно на тепловыделяющих элементах реакторов. Предотвращение отложений может быть достигнуто постоянным выведением с продувкой накапливающихся в контуре примесей, способных к отложению. Однако величины продувок не должны быть чрезмерными. Наибольшее значение для обеспечения надежного водного режима имеет поддержание в воде как продувочной, так и добавочной, определенных физико-химических показателей. Тем самым оказывается воздействие и на скорость поступления продуктов коррозии в воду и на их состояние. Уменьшения содержания продуктов коррозии в воде можно добиваться и применением нержавеющих аустенитных сталей для поверхностей нагрева.

Следует, однако, иметь в виду, что такие мероприятия как: увеличение продувки, применение нержавеющих аустенитных сталей, применение обессоливания в схемах водоподготовки, химическая обработка конденсата всей станции значительно удорожают установку и поэтому должны применяться лишь в разумных, минимально необходимых пределах. Опыт показывает, что путем теплотехнически рациональной организации водного режима станции и ее отдельных агрегатов можно достичь значительного эффекта. Поэтому решение вопроса о том или ином водном режиме установки не должно следовать после разработки тепловой схемы станции, а необходимо совместное рассмотрение теплотехнических схем и водного режима всей установки.

Одним из наиболее мощных теплотехнических средств для рациональной организации водного режима парогенери-

рующих установок является **ступенчатое испарение**, которое, как нам кажется, должно занять ведущее место в организации водного режима атомных станций. При этом, разумеется, в применении ступенчатого испарения на атомных станциях в сравнении с обычной теплоэнергетикой есть и свои особенности, а именно:

а) Если в обычной теплоэнергетике введение ступенчатого испарения нужно для улучшения чистоты пара в отношении содержания в нем примесей при неизменной величине продувки или для уменьшения величины продувки при той же чистоте пара, то в атомной энергетике основная задача ступенчатого испарения заключается в уменьшении концентраций в воде реактора, причем не только (а зачастую и не столько) в отношении растворенных примесей, но и в отношении продуктов коррозии.

Уменьшение содержания продуктов коррозии не только ведет к предотвращению их отложений, но и снижает интенсивность радиолиза, а потому и скорость коррозии конструкционных материалов.

б) Ступенчатое испарение позволяет воздействовать на чистоту воды и пара атомных станций с точки зрения их **активности**, обеспечивая меньшую активность пара, чем в отсутствие ступенчатого испарения.

в) Для атомных парогенерирующих установок так же, как и в обычной теплоэнергетике, накипный режим недопустим. Но если в обычной теплоэнергетике вполне допустим взамен этого шламовый режим, то в атомных парогенерирующих установках дело обстоит иначе — для собственно парогенераторов шламовый режим хотя и не желателен, но допустим; в тех же случаях, когда реактор одновременно является парогенератором, шламовый режим для него не только не желателен, но и совершенно недопустим. Поэтому например, в обычной теплоэнергетике производится фосфатирование всей парогенерирующей установки, а в атомной энергетике фосфатирование воды реактора в целях шламообразования недопустимо.

Наличие самостоятельных обособленных частей парогенерирующей установки, характерное для ступенчатого испарения, позволяет предусмотреть фосфатирование атомной парогенерирующей установки вне реактора и поэтому в конечном счете не опасаться некоторых незначительных присосов в кон-

денсаторе, которые могут иметь место даже при абсолютной плотности вальцовочных соединений*.

г) Значимость применения метода ступенчатого испарения для атомных станций заключается также в возможности уменьшения величины продувки и, следовательно, производительности дорогостоящих установок по ее очистке.

д) Наконец, за счет резкого уменьшения концентрации продуктов коррозии в основной и наиболее чувствительной с точки зрения отложений части установки—реакторе, ступенчатое испарение позволяет идти на общее увеличение содержания продуктов коррозии в продувочной воде всей парогенерирующей установки и в связи с этим поставить вопрос об отказе от применения дорогих и дефицитных аустенитных нержавеющих сталей для парогенерирующих поверхностей нагрева.

Отказ от применения аустенитных нержавеющих сталей удешевил бы и систему водоподготовки для добавочной воды. Чувствительность этих сталей к коррозии под напряжением в присутствии Cl-иона заставляет не ограничиваться умягчением добавочной воды и идти на применение более дорогой схемы полного обессоливания для удаления из воды Cl-иона.

Таковы основные преимущества и особенности применения ступенчатого испарения на атомных электростанциях.

Если рассматривать влияние различных теплотехнических методов только на чистоту пара, то, как известно, еще больший эффект, чем от ступенчатого испарения, можно получить от применения другого метода—промывки пара. Но промывка пара не оказывает непосредственного влияния на содержание в продувочных водах продуктов коррозии и иных примесей и потому для атомных станций имеет существенно меньшее значение.

Следует, однако, иметь в виду, что на атомных станциях использование метода промывки пара питательной водой также может дать существенное улучшение водного режима прежде всего в отношении дезактивации пара**, а также как средство полной деаэрации питательной воды до ее поступления к поверхностям нагрева. В этой связи применение промывки пара питательной водой на атомных станциях также является желательным.

* За счет, например, коррозии самих трубок конденсатора.

** Здесь не имеется в виду газовая (главным образом кислородная) активность, на которую промывка пара питательной водой не влияет.

Уменьшая активность пара и допуская большее содержание продуктов коррозии в продувочной воде, теплотехнические методы организации водного режима (ступенчатое испарение и промывка пара) облегчают переход от двухконтурных схем атомных энергетических установок к одноконтурным без снижения надежности работы установки. В сочетании с отказом от аустенитных сталей это в значительной мере удешевит стоимость оборудования атомных станций и выработываемой ими электроэнергии.

В последующих главах рассматриваются конкретные примеры использования методов промывки пара питательной водой и ступенчатого испарения для различных типов атомных станций.

Применение и использование метода ступенчатого испарения опиралось при этом на следующие положения, установленные в обычной теплоэнергетике:

1. Наибольшую эффективность дает двухступенчатое испарение; последующие ступени повышают эффективность, но уже медленнее.

2. Существуют оптимальные паропроизводительности каждой из ступеней, при которых чистота общего пара получается наивысшей.

3. Ступенчатое испарение эффективно и для установок, питаемых конденсатом, в этом случае следует применять только двухступенчатое испарение с малой производительностью (3—5%) второй ступени испарения.

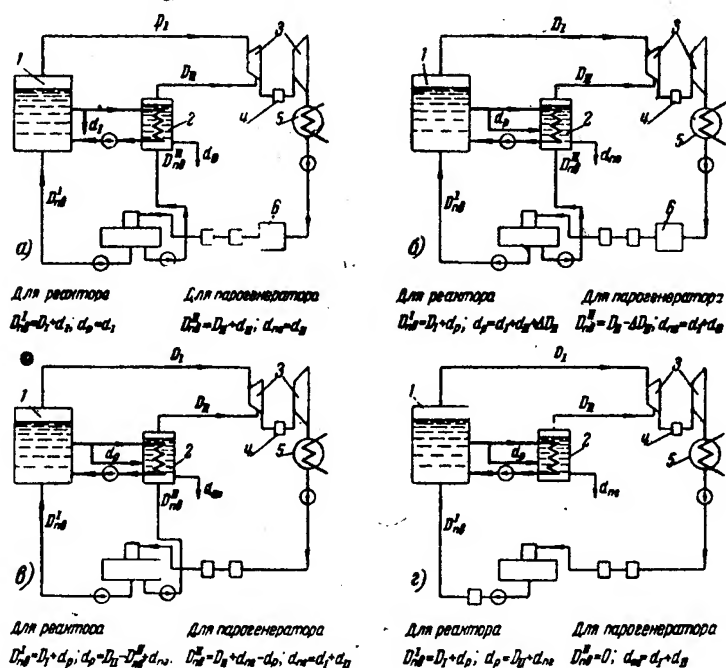
4. Эффективность ступенчатого испарения зависит от наличия обратного перетекания продувочной воды из последующей ступени в предыдущую; во избежание такого перетекания отдельные ступени испарения желательно обособлять, соединяя их водоперепускными линиями с большим перепадом давления.

2. Рациональная организация водного режима одноконтурной атомной станции с кипящим реактором и обособленным парогенератором

На фиг. 1 представлена наиболее распространенная схема атомной станции с кипящим реактором и обособленным парогенератором. Турбина питается насыщенным паром двух давлений: реактора и парогенератора. Поверхность нагрева парогенератора и связанные с ней трубопроводы обычно выполняются из нержавеющей стали, остальные трубопрово-

ды—из углеродистой стали. Продувочные воды и реактора и парогенератора активные и направляются в общую выпарную установку.

Схема (а) является схемой с параллельной продувкой реактора и парогенератора. Питание и реактора и парогенератора также осуществляется параллельно питательной водой



Фиг. 1. Схемы водного режима атомных станций с кипящим реактором без перегрева пара:

а — параллельная продувка реактора и парогенератора, б — последовательная продувка реактора и парогенератора, в — ступенчатое испарение с подачей части питательной воды непосредственно в парогенератор, г — ступенчатое испарение с подачей всей питательной воды только в реактор, 1 — кипящий реактор, 2 — парогенератор, 3 — турбина насыщенного пара, 4 — сепаратор; 5 — конденсатор; 6 — механический и ионитовый фильтры

одного и того же качества (конденсат с добавком обессоленной воды). Одноконтурность схемы и выполнение значительной ее части из углеродистых сталей приводит к необходимости вывода продуктов коррозии не только за счет продувки

реактора и парогенератора, но и за счет включения в схему механического и ионитовых фильтров. Однако даже при этом полная надежность работы реактора может быть обеспечена только при значительной его продувке, так как продукты коррозии будут поступать в цикл и после ионитовых фильтров, применение которых возможно только в области низких температур питательной воды.

Можно было бы выполнить всю станцию из нержавеющей аустенитных сталей, но это бы чрезвычайно удорожило станцию и свело бы на нет преимущества одноконтурного выполнения.

Рациональное решение вопроса может быть найдено на основе совместного анализа тепловой схемы и водного режима для всей станции, как единой установки. В самом деле одноконтурность станции позволяет рассматривать реактор и парогенератор не изолированно друг от друга, а как единую парообразующую установку с двухкорпусным выполнением. Это позволяет использовать для них метод ступенчатого испарения, причем с наибольшим эффектом, так как давление в собственно парогенераторе всегда меньше, чем в реакторе и обратный переброс продувочной воды* из парогенератора в реактор исключен.

При введении ступенчатого испарения для парообразующей установки в целом реактор превращается в первую ступень испарения с весьма значительной продувкой, величина которой может доходить до суммарного значения расхода питательной воды на парогенератор и расходов продувочных вод из реактора и парогенератора. Парогенератор, превращаемый во вторую ступень испарения, может питаться или только водой из реактора, или, частично, и питательной водой помимо реактора. В зависимости от доли питательной воды, поступающей в парогенератор из реактора, возможны различные схемы организации ступенчатого испарения, изображенные на фиг. 1 (схемы б, в, г).

Схема (б) представляет собой схему с последовательной (ступенчатой) продувкой, при которой парогенератор по отношению к реактору может рассматриваться как предвключенный к выпарной установке корпус. При этом, при сохранении прежней производительности выпарной установки, равной $d_1 + d_{II}$, продувка реактора увеличивается до величины

* Наиболее часто встречающееся нарушение работы ступенчатого испарения в обычной теплоэнергетике.

$d_p = d_1 + d_{II} + \Delta D_{II}$, * а продувка парогенератора—до величины $d_{n2} = d_1 + d_{II}$. Таким образом увеличение продувки произойдет и для реактора (на величину $d_{II} + \Delta D_{II}$) и для парогенератора (на величину d_1). Соответственно уменьшатся концентрации веществ в воде и реактора и парогенератора.

Однако, если для парогенератора эти изменения будут существенными, учитывая, что $d_1 \gg d_{II}$, то для реактора положение улучшится незначительно.

В схемах (в) и (г) применена не только последовательная продувка, но частично (схема в) или полностью (схема г) метод ступенчатого испарения.

Представленные на фиг. 1 различные схемы организации родного режима отличаются между собой в отношении расхода питательной воды парогенератора, поступающего непосредственно в парогенератор, минуя реактор, в сопоставлении с паропроизводительностью парогенератора. Для схемы (в), являющейся наиболее общей, эта величина $n = \frac{D_{nB}^{II}}{D_{II}}$ может варьироваться от $n=0$ (тогда эта схема превращается в схему (г) до величины $n=1 - \frac{\Delta D_{II}}{D_{II}}$ (тогда эта схема превращается в схему (б)). Для схемы (а) $n = 1 + \frac{d_{II}}{D_{II}}$.

Концентрации примесей в воде реактора и парогенератора (как солей, так и продуктов коррозии) целесообразно рассчитывать в относительных величинах.

При этом концентрации воды составляют для реактора

$$\frac{S_p}{S_{nB}} = \frac{D_{nB}^I}{d_p} \quad \text{для всех схем фиг. 1.}$$

для парогенератора

$$\frac{S_{n2}}{S_{nB}} = \frac{D_{nB}^{II}}{d_{n2}} = \frac{D_{nB}^{II}}{d_{II}} \quad \text{для схемы (а),}$$

и

$$\frac{S_{n2}}{S_{nB}} = \frac{D_{nB}^I + D_{nB}^{II}}{d_1 + d_{II}} \quad \text{для остальных схем фиг. 1.}$$

* $\Delta D_{II} = \frac{i_K^I - i_K^{II}}{r} \cdot d_p$ — количество воды, превратившейся в пар в результате дросселирования.

Таблица № 1

С х е м а	Доля питательной воды парогенератора, подаваемая непосредственно в парогенератор $n = \frac{D_{\text{аб}}}{D_{\text{н}}}$	Относительные концентрации солей и продуктов коррозии в воде		Относительные концентрации солей и продуктов коррозии в паре				Допустимая концентрация продуктов коррозии в питательной воде при допустимом содержании продуктов коррозии в воде реактора, равном			
		$\frac{S_p}{S_{n2}}$ реактора $\frac{S_{n2}}{S_{n1}}$ парогенератора		$\frac{S_p}{S_{n1}}$ реактора $\frac{S_{n2}}{S_{n1}}$ парогенератора		$\frac{S_p}{S_{n1}}$ на типичный общем паре, идущем		$S_p = 2 \text{ мг/л}$	$S_p = 2,5 \text{ мг/л}$	$S_p = 3 \text{ мг/л}$	
а) Параллельная продувка реактора и парогенератора	1,03	20	37,5	0,020	0,0875	0,0240	0,0240	0,100	0,125	0,150	
б) Последовательная продувка реактора и парогенератора	0,98	16,5	23,4	0,0165	0,0234	0,0182	0,0182	0,121	0,151	0,182	
в) Ступенчатое испарение с подачей части питательной воды непосредственно в парогенератор	$\frac{0,524}{0,217}$	$\frac{4,81}{3,05}$	$\frac{23,4}{23,4}$	$\frac{0,00481}{0,00305}$	$\frac{0,0234}{0,0234}$	$\frac{0,0102}{0,0101}$	$\frac{0,0102}{0,0101}$	$\frac{0,415}{0,667}$	$\frac{0,520}{0,820}$	$\frac{0,624}{0,985}$	
г) Ступенчатое испарение с подачей всей питательной воды только в реактор	0	2,84	23,4	0,00234	0,0234	0,0108	0,0108	0,856	1,07	1,28	

Следует обратить внимание на то обстоятельство, что переход от схемы (б) к схеме (г) будет изменять величину продувки реактора и потому концентрацию примесей в его воде в зависимости от величины « n ». Однако для парообразующей установки в целом переход от схемы (б) к схеме (г) величину продувки не меняет. Поэтому величина $\frac{S_{n2}}{S_{ns}}$ будет постоянной для схем (б), (в) и (г), то есть не зависит от величины « n ». Все же остальные величины зависят от величины « n » и потому анализ различных схем организации водного режима целесообразно делать именно в зависимости от этой величины.

Результаты такого сравнительного расчетного исследования приведены, например, на графиках 2, 3, 4, 5, 6 и в таблице 1. При этом принято, что производительность выпарной установки является постоянной и равной $d_1 + d_{II}$, хотя, вообще говоря, метод ступенчатого испарения позволяет поставить вопрос и об уменьшении ее мощности. Тепловые мощности реактора и парогенератора также приняты неизменными, что приводит к изменению их паропроизводительностей в зависимости от величины « n » (см. фиг. 2).

Коэффициент уноса примесей с паром или, что то же, влажность пара был принят равным 0,1%, то есть относительное содержание веществ в паре определялось как

$$\frac{S_n^I}{S_{nB}} = 0,1 \cdot 0,01 \frac{S_p}{S_{nB}} \quad \text{для реактора}$$

и

$$\frac{S_n^{II}}{S_{ns}} = 0,1 \cdot 0,01 \frac{S_{n2}}{S_{ns}} \quad \text{для парогенератора.}$$

Концентрации примесей в общем паре, проходящем через турбину, рассчитываются по уравнению смешения

$$\frac{S_n}{S_{ns}} = \frac{S_n^I}{S_{nB}} \frac{D_1}{D_1 + D_{II}} + \frac{S_n^{II}}{S_{ns}} \frac{D_{II}}{D_1 + D_{II}}.$$

Расчет концентраций в относительных величинах удобен как метод построения закономерностей. От такого расчета всегда можно легко перейти к решению тех или иных конкретных задач. Например:

1. Зная концентрацию в питательной воде и выбрав допустимую концентрацию в воде реактора, можно определить величину продувки реактора.

2. Приняв величину продувки реактора и выбрав концентрацию в воде реактора, можно найти допустимую концентрацию в питательной воде.

3. Выбрав концентрацию в насыщенном паре, можно определить допустимую концентрацию в воде реактора и т. д. и т. п.

Солевая активность и коррозионная активность могут рассчитываться по формулам для реактора

$$a_p = a_{нв} \cdot \frac{D_{нв}^I}{d_p} + \Delta a_p \quad \text{для всех схем фиг. 1,}$$

для парогенератора

$$a_{нз} = a_{нв} \cdot \frac{D_{нв}^{II}}{d_{нз}} = a_{нв} \cdot \frac{D_{нв}^{II}}{d_{II}} \quad \text{для схемы (а)}$$

и

$$a_{нз} = a_{нв} \cdot \frac{D_{нв}^I + D_{нв}^{II}}{d_I + d_{II}} + \Delta a_p \cdot \frac{d_p}{d_I + d_{II}} \quad \text{для остальных схем}$$

фиг. 1,

так как активация воды происходит только в реакторе. В этих формулах

$a_{нв}$ — активность питательной воды;

Δa_p — активация продувочной воды в реакторе *.

Активность насыщенного пара подсчитывается по тем же соотношениям, что и относительное содержание в нем различных примесей.

Анализ графиков фиг. 2—6 и табл. 1 показывает, что схема (а) является наименее благоприятной. Унос примесей и продуктов коррозии высок, требования по содержанию продуктов коррозии в питательной воде (см. табл. 1) весьма высоки и могут быть обеспечены на станции только в случае выполнения всего оборудования ее из нержавеющей сталей.

Несложное переключение продувки реактора с параллельной на последовательную по отношению к парогенератору схема (б) приводит к:

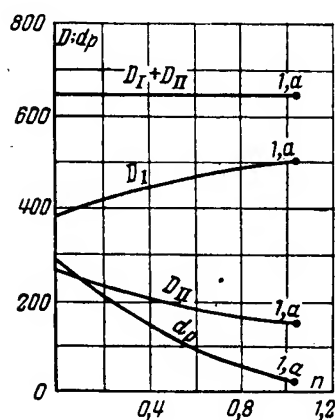
возможности допущения содержания продуктов коррозии в питательной воде на ~ 20% больше;

улучшению чистоты воды и пара парогенератора ~ 1,5 раза;

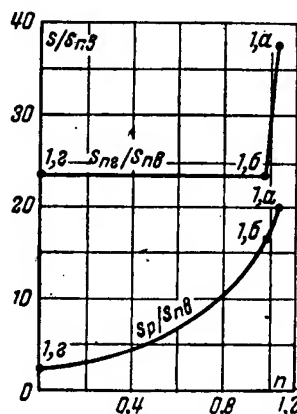
* Метод расчета активации воды реактора изложен в соответствующих руководствах.

улучшению общей чистоты пара в 1,3 раза, но к росту активности пара.

Значительно большие возможности открывает применение ступенчатого испарения. Так, применение схемы (г) позволяет:



Фиг. 2. Паропроизводительность реактора (D_I), паропроизводительность парогенератора (D_{II}) и продукка реактора (d_p) в зависимости от доли питательной воды, подаваемой непосредственно в парогенератор ($n = \frac{D_{II} n_s}{D_{II}}$)



Фиг. 3. Относительные концентрации солей и продуктов коррозии в воде реактора (S_p/S_{n2}) и в воде парогенератора (S_{n2}/S_{n2}) в зависимости от доли питательной воды, подаваемой непосредственно в парогенератор ($n = \frac{D_{II} n_s}{D_{II}}$)

иметь концентрацию солей и продуктов коррозии в воде реактора лишь в 2,34 раза большей, чем в питательной воде, то есть в 8,5 раза чище, чем при схеме (а);

допустить концентрацию продуктов коррозии в питательной воде порядка 0,85—1,3 мг/л, что уже вполне достижимо даже и на станции с оборудованием из углеродистой стали (см. табл. 2);

чистота пара улучшается ~ в 2,2 раза, а солевая и коррозионная активность пара уменьшается в ~ в 2 раза.

Однако, далеко не всегда целесообразно применение схемы (г).

14

Таблица №2

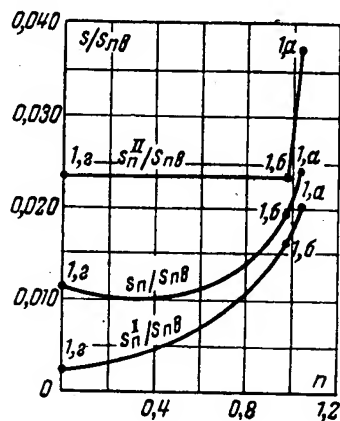
Содержание продуктов коррозии в питательной воде котлов ГРЭС
(углеродистые стали)

Давление в барабане, <i>ата</i>	Соединения железа в пересчете на Fe, <i>мг/кг</i>				Соединения меди в пересчете на Cu, <i>мг/кг</i>			
	по нормам		по эксплуатационным и эксперимент. данным		по нормам		по эксплуатационным и эксперимент. данным	
	для барабанных котлов	для прямо- точных котлов	В Т И	МОЦКИ	для барабанных котлов	для прямо- точных котлов	В Т И	МОЦКИ
до 45	0,1		-		0,05			
45—100	0,05	0,03	0,005 ÷ 0,1	0,01 ÷ 0,11	0,05	0,03	0,002 ÷ 0,05	0,001 ÷ 0,04
110	0,03				0,03			

Анализ графиков 4 и 6 показывает, что по уносу примесей с паром как в отношении общего содержания примесей, так и по активности, существует оптимальный режим, отвечающий минимуму активности и солесодержания пара. Этот режим характеризуется величиной n , изменяющейся в довольно широких пределах $n=0,2-0,7$. Поэтому при выборе конкретной схемы и величины n следует иметь в виду следующие соображения: чем меньше величина n , тем обоснованнее можно отказаться от применения механических и ионитовых фильтров, что желательно, так как в них происходит накопление активности, что требует организации их защиты в эксплуатации и дезактивации после выключения из работы. Однако, учитывая, что давление в реакторе выше, чем в парогенераторе, следует иметь в виду перерасход энергии на питательный насос и потому не уменьшать чрезмерно величину n , тем более, что уменьшение n , например, от 0,2 до 0 приводит к ухудшению общей чистоты пара.

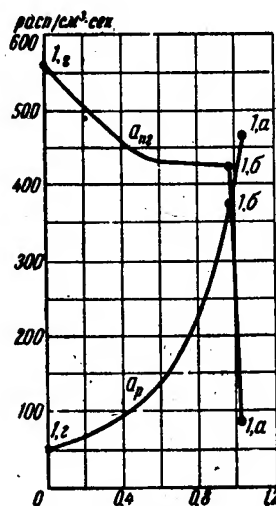
С точки зрения общей чистоты пара и экономии расхода электроэнергии на привод питательного насоса схема (г) ($n=0$) вообще нецелесообразна. Однако возможны случаи применения и этой схемы, если иначе для реактора не обеспечивается необходимая чистота воды в отношении содержания в ней продуктов коррозии.

При осуществлении ступенчатого испарения даже при значительных присосах охлаждающей воды в конденсаторе концентрации ионов-накипеобразователей в воде реактора будут столь незначительны, что не будет опасений накипеотложений в нем как в отсутствие фосфатирования, так и при фосфатировании воды реактора. Поэтому вполне допустимо фос-

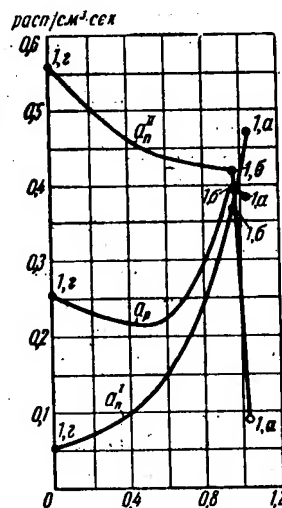


Фиг. 4. Относительные концентрации солей и продуктов коррозии в паре реактора (s_n^I/s_{n8}) в паре парогенератора (s_n^{II}/s_{n8}) и в общем паре, идущем на турбину (s_n/s_{n8}) в зависимости от доли питательной воды, подаваемой непосредственно в парогенератор ($n = \frac{D_{II}^{n8}}{D_{II}}$)

фатирование воды реактора для повышения ее щелочности. В то же время наличие парогенератора, включенного последовательно с реактором, позволяет применить фосфатирование и парогенератора для выведения в виде шлама ионов Са, поступающих в питательную воду с присосом в конденсаторе. Без ступенчатого испарения фосфатировать воду реактора нельзя во избежание фосфатного шлама или фосфатной накипи.



Фиг. 5. Активация воды по солям и продуктам коррозии для реактора (a_p) и парогенератора (a_{n2}) в зависимости от доли питательной воды, подаваемой непосредственно в парогенератор ($n = \frac{D_{II}^{II} n_2}{D_{II}}$)



Фиг. 6. Активация по солям и продуктам коррозии для пара реактора (a'_{n1}), пара парогенератора (a''_{n1}) и общего пара, идущего на турбину (a_n), в зависимости от доли питательной воды, подаваемой непосредственно в парогенератор ($n = \frac{D_{II}^{II} n_2}{D_{II}}$)

Таким образом, все вышесказанное показывает, что применение метода ступенчатого испарения для одноконтурной атомной станции с кипящим реактором и обособленным парогенератором дает существенное улучшение водного режима, а именно:

уменьшает содержание продуктов коррозии в воде реактора и потому опасность их отложений и интенсивность радиоллиза в реакторе (а следовательно, и скорость коррозии конструкционных материалов реактора);

позволяет иметь небольшую продувку и

применить углеродистые стали для большей части станции, а возможно и для всей станции.

Следует, однако, иметь в виду, что осуществление ступенчатого испарения на одноконтурной атомной станции с кипящим реактором возможно только при наличии в схеме станции отдельного парогенератора меньшего давления. Поэтому представляется, что наличие такого парогенератора на станциях, работающих на насыщенном паре, правомерно не только с точки зрения повышения экономичности всей установки, но и с точки зрения повышения надежности работы в отношении водного режима.

Применение промывки пара питательной водой в сочетании со ступенчатым испарением может дать дальнейшее улучшение чистоты пара как в отношении содержания в нем продуктов коррозии и других примесей, так и в отношении активности пара. Вообще говоря возможна организация промывки пара и для реактора и для парогенератора. Однако конструктивное оформление промывки в реакторе более сложно. Поэтому вполне достаточно ограничиться организацией промывки пара в парогенераторе, осуществление которой никаких трудностей не представляет. При организации промывки пара парогенератора в дополнение к ступенчатому испарению для всей установки:

чем меньше величина n , тем лучше будет качество пара;

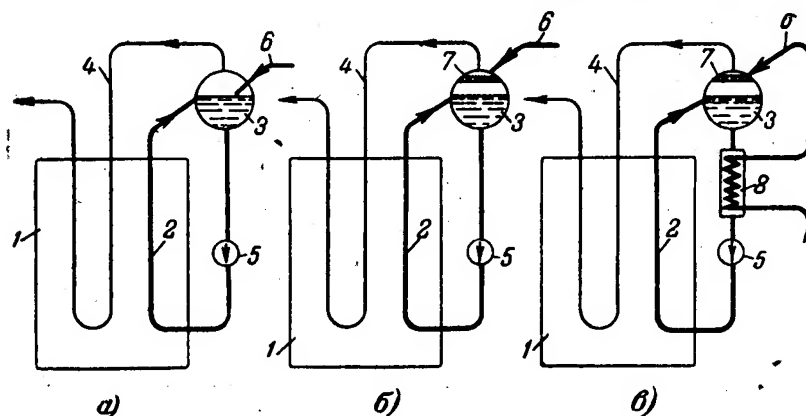
для всех значений величины n чистота пара как в отношении содержания примесей, так и по активности получается лучшей, чем при применении только ступенчатого испарения.

Поэтому можно считать вполне целесообразным применить для парогенератора промывку пара питательной воды наряду со ступенчатым испарением для всей парообразующей установки. При этом в паропромывочное устройство следует подавать всю питательную воду, поступающую в парогенератор, минуя реактор. Тем самым будет не только улучшаться чистота пара, но и обеспечиваться полная деаэрация питательной воды до ее поступления к поверхностям нагрева парогенератора.

3. Теплотехнические схемы организации водного режима атомной станции с высокими и сверхвысокими параметрами пара и перегревом в реакторе

Применение для таких станций полностью или в значительной мере двухконтурной схемы выполнения удорожает и усложняет установку. Поэтому целесообразно прежде всего рассмотреть возможности ее одноконтурного выполнения, если не полностью, то во всяком случае в большей ее части.

Если принять одноконтурную схему работы, то питательная вода должна подаваться непосредственно в систему реактора. При этом возможны несколько вариантов ввода воды, изображенные на фиг. 7. С точки зрения работы циркуляционного насоса наиболее благоприятны варианты 7-а и



Фиг. 7. Различные способы ввода питательной воды в реактор при одноконтурной схеме работы:

а — ввод в водяной объем сепаратора в отсутствии водяного экономайзера; б — ввод в паровой объем сепаратора в отсутствии водяного экономайзера; в — ввод в паровой объем сепаратора при наличии водяного экономайзера; 1 — реактор, 2 — парообразующие каналы, 3 — сепаратор, 4 — перегревательные каналы реактора, 5 — циркуляционный насос, 6 — подача питательной воды, 7 — паропромывочное устройство, 8 — водяной экономайзер

7-в, так как в этом случае перед насосом имеется недогрев до кипения, в то время как в 7-б вода поступает к насосу с температурой насыщения. Вариант 7-а проще, чем 7-в, однако, при схеме 7-а не обеспечивается полная деаэрация питательной воды перед ее поступлением в каналы реактора и

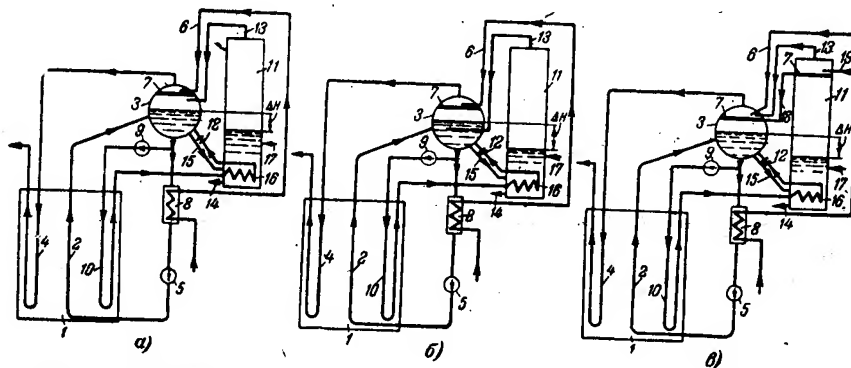
питательная вода не используется, как средство дезактивации пара.

Подача питательной воды в промывочное устройство по схеме 7-б обеспечивает полную деаэрацию питательной воды за счет ее прогрева конденсирующимся паром, а большая чистота пара после промывки снижает его активность как после сепаратора, так и после прохождения через перегревательные каналы реактора. Однако значительный недогрев питательной воды; поступающей на промывку, требует увеличения количества производимого в реакторе пара на величину $\Delta D = D \frac{\Delta i}{r}$, что вызывает нежелательный рост процента парообразования в реакторе.

Включение в схему водяного экономайзера (см. фиг. 7-в) позволяет обеспечить полную деаэрацию питательной воды до поступления в каналы реактора и дезактивацию пара как и в схеме 7-б, сохраняя практически тот же процент парообразования, что и в схеме 7-а, так как недогрев питательной воды до кипения в водяном экономайзере может быть принят порядка 20—30°C или даже меньше. Однако и в этой схеме питательная вода, поступающая в водяной экономайзер, не полностью освобождена от кислорода и это вызовет некоторую коррозию поверхности нагрева водяного экономайзера и поступление этих продуктов коррозии в барабан-сепаратор и далее в каналы реактора. По-видимому все же схема 7-в, как защищающая каналы реактора от непосредственной коррозии материалов их покрытий и обеспечивающая невысокий процент парообразования в реакторе и надежную работу циркуляционного насоса, наиболее предпочтительна. Уменьшения концентрации продуктов коррозии в воде реактора можно было бы добиться путем выделения реактора в первую ступень испарения со значительной продувкой во вторую ступень испарения, поверхности нагрева которой можно было бы вынести из реактора. Организация такой второй ступени испарения позволила бы осуществить в ней и дообработку питательной воды фосфатированием, которую необходимо предусматривать в связи с возможными присосами охлаждающей воды в конденсаторе. Организация ступенчатого испарения является в данном случае единственным выходом, так как применение фосфатирования воды реактора не может быть рекомендовано из-за недопустимости шламообразования в реакторе,—это может вызвать увеличение со-

противления каналов и повышение температуры тепловыделяющих элементов из-за отложений на них.

В условиях подачи питательной воды по схеме фиг. 7-в и сделанного выше вывода о необходимости применения ступенчатого испарения ниже рассматриваются вопросы рациональной организации водного режима парогенерирующей установки атомной станции с перегревом в реакторе, вначале применительно к высокому, а затем к сверхвысокому давлению.



Фиг. 8. Применение ступенчатого испарения на станции высоких параметров с перегревом пара в реакторе:

а — с подачей питательной воды только в первую ступень испарения и подачей пара второй ступени в паровой объем первой ступени испарения; б — с подачей питательной воды только в первую ступень испарения и подачей пара второй ступени испарения в водяной объем первой ступени испарения; в — с подачей питательной воды частично и во вторую ступень испарения, для конденсации пара второй ступени испарения; 1 — реактор, 2 — парообразующие каналы реактора; 3 — сепаратор первой ступени испарения, 4 — перегреватели каналов, 5 — основной циркуляционный насос, 6 — подача питательной воды в первую ступень испарения, 7 — паропромысловые устройства, 8 — водяной экономайзер, 9 — дополнительный циркуляционный насос, 10 — водяные каналы реактора, 11 — сепаратор второй ступени испарения, 12 — дроссель, 13 — подача пара второй ступени испарения, 14 — продувка второй ступени испарения, то есть всей установки в целом, 15 — питание второй ступени испарения — продувка реактора, 16 — поверхность нагрева второй ступени испарения, 17 — ввод фосфатов, 18 — подача промывочной воды из второй ступени испарения в первую, 19 — подача питательной воды во вторую ступень испарения

На фиг. 8 приведены некоторые возможные схемы включения для станции высоких параметров пара. Зона наибольших концентраций примесей и продуктов коррозии выполнена как вторая ступень испарения, с выносом ее из пределов

реактора. Это позволяет применить внутрикотловую обработку воды—ввод фосфатов (п. 17) для перевода солей-накипеобразователей в шлам и удаления их с продувкой (п. 14), которая в этом случае может не превышать $p=0,5\%$. Продувка же реактора, являющаяся питанием второй ступени испарения (п. 15), может быть существенно большей.

При отсутствии ступенчатого испарения относительная концентрация примесей в продувочной воде реактора составит

$$\frac{S_{np}}{S_{ns}} = \frac{S_p}{S_{ns}} = \frac{100+p}{p}.$$

При наличии ступенчатого испарения для реакторной установки концентрация примесей в воде первой ступени составит

$$\frac{S_p^I}{S_{ns}} = \frac{100+p}{n_{II}+p},$$

а концентрация примесей в воде второй ступени

$$\frac{S_{np}}{S_{ns}} = \frac{S_p^{II}}{S_{ns}} = \frac{100+p}{p}.$$

В этих соотношениях

$p\%$ — величина продувки всей установки в целом;

$n_{II}\%$ — паропроизводительность второй ступени испарения,

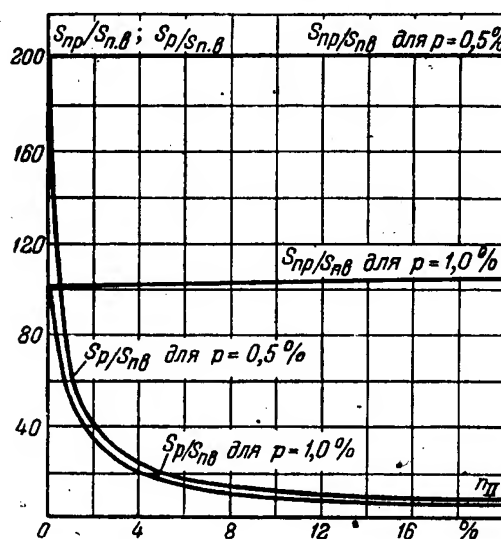
а унос примесей с паром отброшен в виду его незначительности.

Сопоставление приведенных выше относительных концентраций показывает, что в воде первой ступени испарения концентрации веществ существенно меньше, а во второй ступени испарения сохранились теми же, что и для всей установки в целом в отсутствие ступенчатого испарения.

На графиках фиг. 9 представлены относительные концентрации примесей в водах реакторной установки для первой и второй ступеней испарения в зависимости от величины паропроизводительности второй ступени испарения для двух величин продувок.

Из этих графиков следует, что при введении ступенчатого испарения нет нужды в увеличении общей продувки выше $p=0,5\%$, а паропроизводительность второй ступени испарения вполне достаточна в пределах до 5% , как впрочем и на

обычных тепловых станциях при питании парогенератора конденсатом. Дальнейшее увеличение паропроизводительности второй ступени испарения, мало влияя на чистоту воды и пара в реакторе, осложняет конструктивное оформление второй ступени испарения. Из графиков фиг. 9 видно также, что



Фиг. 9. Концентрации продувочных вод в зависимости от паропроизводительности второй ступени испарения

при продувке $p=0,5\%$ введение ступенчатого испарения с паропроизводительностью всего лишь $\eta_{II}=5\%$ уменьшает концентрации воды в реакторе в 11 раз, оставляя прежнюю концентрацию воды лишь для вынесенного за пределы реактора отсека.

Парообразование во второй ступени испарения требует обогрева ее поверхности нагрева (п. 16) теплоносителем с большим давлением, чем во всей парообразующей системе. В связи с этим необходим дополнительный циркуляционный насос (п. 9), прокачивающий воду через водяные каналы реактора для ее нагрева, но не до кипения, и подачи ее затем в поверхность нагрева с последующим дросселированием до давления в барабане. Водяные каналы могут быть выполнены того же типа, что и парообразующие.

Пар из второй ступени испарения может подаваться в паровой объем первой ступени (фиг. 8-а) или в водяной объем первой ступени (фиг. 8-б). При этом будут отличаться лишь разности уровней в сепараторах первой и второй ступеней (ΔH), которые должны быть рассчитаны так, чтобы поверхность нагрева (п. 16) всегда была подтоплена. Контроль и регулирование уровня во второй ступени испарения не нужны и осуществляются только для первой ступени испарения, то есть для всей парообразующей установки в целом.

Питательная вода, как уже говорилось выше, должна подаваться через водяной экономайзер в паропромывочное устройство. Как это следует из самой схемы, вода при этом окажется несколько недогретой до кипения на величину Δt . Если часть этой воды подать в паропромывочное устройство II ступени испарения (см. фиг. 8-в), то пар II ступени испарения может быть полностью сконденсирован и тогда чистота всего пара перед промывкой так же, как впрочем и для схемы 8-б, будет определяться только чистотой воды в реакторе.

Количество питательной воды, необходимое для конденсации пара второй ступени испарения в процентах от общей паропроизводительности установки, будет равно

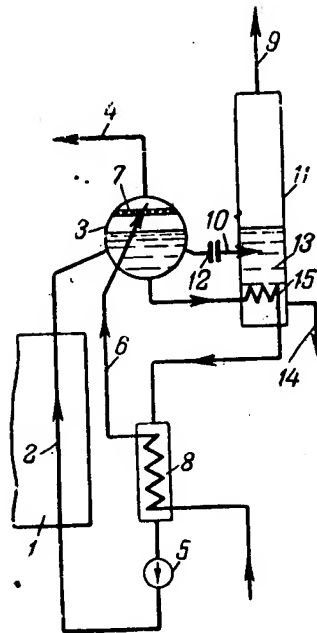
$$\frac{D_{ns}^{II}}{D} \cdot 100 = \frac{D_{II}}{D} \cdot \frac{r}{\Delta t} \cdot 100 \%$$

Если принять $n_{II} = \frac{D_{II}}{D} \cdot 100 = 5\%$, давление 110 атм и недогрев питательной воды до кипения 30°C , то для полной конденсации пара второй ступени испарения потребуется подача питательной воды в промывочное устройство II ступени испарения в количестве $\frac{D_{ns}^{II}}{D} \cdot 100 \geq 5 \frac{300}{30} \geq 50\%$, что вряд ли целесообразно, а частичная конденсация пара II ступени испарения потребует и водоперепускных и пароперепускных линий из парового объема второй ступени испарения в первую ступень испарения, то есть более сложна, чем при схемах фиг. 8-а и 8-б.

Окончательная чистота насыщенного пара после промывочного устройства окажется для всех трех схем фиг. 8 практически одинаковой и определяемой чистотой питательной воды, степенью промывки пара и его осушки после промыв-

ки. Поэтому выбор схем фиг. 8 в наибольшей степени связан с конструктивными соображениями, но по-видимому наиболее целесообразна схема фиг. 8-б.

Как это следует из фиг. 8 и 9, применение ступенчатого испарения позволяет свести «двухконтурность» схемы лишь к 5% от общей парообразующей поверхности нагрева. Недостатком схемы является необходимость дополнительного циркуляционного насоса, однако перепад на этот насос и расход через него невелики.



Фиг. 10. Организация ступенчатого испарения на станции сверхвысоких параметров с промежуточным перегревом пара:

1—реактор, 2—парообразующие каналы реактора, 3—сепаратор первой ступени испарения, 4—отвод насыщенного пара высокого давления в перегревательные каналы реактора, 5—циркуляционный насос, 6—подача питательной воды в первую ступень испарения, 7—паропромывочное устройство, 8—водяной экономайзер, 9—отвод насыщенного пара второй ступени испарения к промежуточному пароперегревателю, 10—питание второй ступени испарения — продувка реактора, 11—сепаратор второй ступени испарения, 12—дрессель, 13—ввод фосфатов, 14—продувка второй ступени испарения и всей установки в целом, 15—поверхность нагрева второй ступени испарения

Рассмотрение организации водного режима атомной станции с перегревом в реакторе было проведено выше применительно к высоким параметрам пара. Что же касается сверхвысоких параметров пара, требующих промежуточного перегрева, то в принципе и в этом случае возможна организация водного режима в соответствии с фиг. 8. Однако при наличии промежуточного пароперегревателя можно рассматривать и

несколько иную схему (см. фиг. 10), при которой вторая ступень испарения работает при давлении, меньшем, чем давление в первой ступени испарения и выдает насыщенный пар, направляемый в промежуточный пароперегреватель. Учитывая малую паропроизводительность второй ступени испарения (до 5%, как указывалось выше) с точки зрения технико-экономической возможно, что эта схема окажется предпочтительнее, чем схемы фиг. 8, требующие дополнительного циркуляционного насоса.

Для схемы фиг. 10 возможно также применение пароперекачивающего-насоса для подачи пара второй ступени испарения в основной пароперегреватель. Применение такого насоса (типа насосов котлов Леффлера) тем более целесообразно, чем выше давление, так как меньше объемы перекачиваемого пара. При установке такого насоса давление во второй ступени испарения следует поддерживать возможно ближе к давлению в первой ступени испарения — это уменьшит расход электроэнергии на насос (меньше перепад давлений, меньше объемы пара).

Изложенное выше показывает, что и для станции высоких параметров пара применение методов ступенчатого испарения и промывки пара питательной водой является весьма целесообразным и перспективным. Уменьшая концентрации всех примесей в воде реактора и в том числе и продуктов коррозии, метод ступенчатого испарения позволяет в зависимости от паропроизводительности второй ступени испарения в большей или меньшей степени отказаться от применения аустенитных сталей для парогенерирующих поверхностей нагрева.

Значительно увеличивая величину продувки реактора, метод ступенчатого испарения резко уменьшает активность воды реактора как за счет уменьшения концентраций в ней, так и за счет сокращения времени активации воды в реакторе. Соответственно резко снижается и активность насыщенного пара.

Применение промывки пара питательной водой позволяет еще значительно снизить активность насыщенного пара реактора и полностью деаэрировать питательную воду перед ее поступлением к поверхности нагрева собственно реактора, что уменьшает интенсивность коррозии его конструкционных материалов.

4. Рациональная организация водного режима атомной станции с высокими и сверхвысокими параметрами пара при двухконтурном выполнении

Как уже говорилось, двухконтурное исполнение атомных станций является дорогим решением и прежде всего в связи со значительной затратой нержавеющей аустенитных сталей для поверхностей нагрева, разделяющих первый и второй контуры. Применение для этих поверхностей нагрева углеродистых сталей требует значительного увеличения продувки первого контура, что также неэкономично. Однако, двухконтурные атомные станции имеют и свои преимущества. Это прежде всего активность оборудования только части станции и поэтому упрощение его эксплуатации. Кроме того, для двухконтурных станций исключено поступление в воду реактора меди, поступающей в питательную воду в результате коррозии конденсаторных трубок и ионов-накипеобразователей, поступающих в питательную воду в результате присосов охлаждающей воды в конденсаторе.

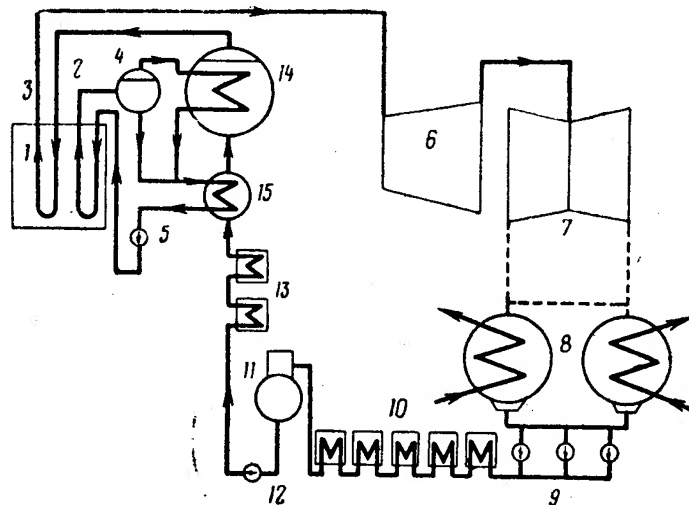
Двухконтурная схема атомной станции с водоводяным реактором общеизвестна и теплотехнически проста. В связи с этим рассмотрение ее в свете вопросов настоящей работы не требуется. Что же касается двухконтурного выполнения схемы атомной станции с высокими параметрами пара, то ее осуществление встретило серьезные затруднения в части, касающейся пароперегревателя. В связи с этим, как известно, для такой станции было сочтено более целесообразным принять двухконтурное выполнение только для парообразующей части, осуществляя перегрев пара второго контура в перегревательных каналах реактора, то есть схема не является полностью двухконтурной.

На фиг. 11 представлена тепловая схема такой станции с парогенератором высокого давления и перегревом пара второго контура в реакторе. Турбина, принятая в схеме, двухцилиндровая машина ВК-100. Эта схема принята в настоящее время к осуществлению. Однако она имеет некоторые недостатки, основные из которых сводятся к следующему:

1. Несмотря на двухконтурное исполнение, оба контура, хотя и в разной степени, являются активными, что усложняет эксплуатацию станции.
2. Стремление уменьшить содержание продуктов коррозии в воде первого контура без увеличения величины про-

дувки и работа парогенератора в условиях высоких температур, интенсифицирующих коррозию, привело к необходимости выполнения поверхности нагрева парогенератора из нержавеющей аустенитных сталей.

3. Влияние Cl^- -иона на коррозию под напряжением аустенитных сталей заставляет добавочную воду второго контура подготавливать по методу обессоливания.



Фиг. 11. Схема атомной станции высоких параметров пара с перегревом пара второго контура в реакторе и парогенератором высокого давления:

1—реактор; 2—парообразующие каналы реактора; 3—пароперегревательные каналы реактора; 4—барабан-сепаратор высокого давления; 5—циркуляционный насос первичного контура; 6—цилиндр высокого давления турбины; 7—цилиндр низкого давления турбины; 8—конденсатор; 9—конденсатные насосы; 10—подогреватели низкого давления; 11—деаэрактор; 12—питательный насос второго контура; 13—подогреватели высокого давления; 14—парогенератор высокого давления; 15—водяной экономайзер

4. Присос охлаждающей воды в конденсаторе, который все же может иметь место, требует фосфатирования парогенератора и, следовательно, имеется возможность заноса шлама в перегревательные каналы реактора.

5. Выпарная установка должна быть рассчитана на обработку продувки не только реактора, но и парогенератора.

6. Парогенератор требует биологической защиты, так как теплоносителем является активная вода первого контура.

Все эти недостатки могут быть ликвидированы, если изменить схему станции, выполнив ее в соответствии с фиг. 12 с применением той же турбины. Основным отличием этой схемы является перенесение парогенератора в область низких давлений. Насыщенный пар высокого давления, вырабатываемый в реакторе, поступает в перегревательные каналы реактора и затем в цилиндр высокого давления турбины. После ЦВД машины пар направляется в трубчатую систему парогенератора низкого давления, где конденсируется и затем через подогреватели вновь поступает в реактор в качестве питательной воды. Перечисленное оборудование представляет собой замкнутый первый контур.

В парогенераторе низкого давления производится насыщенный пар второго контура за счет конденсации пара первого контура. Насыщенный пар второго контура направляется в цилиндр низкого давления турбины, затем в конденсатор и через систему подогревателей возвращается в парогенератор в качестве его питательной воды. Все это оборудование входит во второй контур станции.

Таким образом, схема станции фиг. 12 является полностью двухконтурной и имеет следующие существенные преимущества:

1. Значительная часть станции, весь второй контур, является неактивной, что упрощает эксплуатацию.

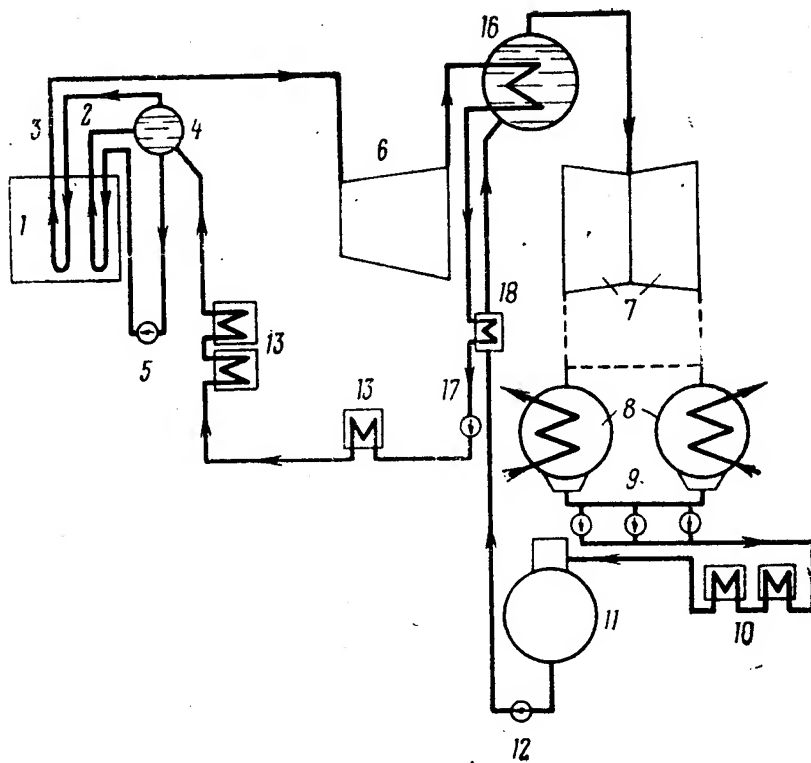
2. Теплоносителем для парогенератора является не вода, а пар первичного контура, что позволяет отказаться от сооружения боксов у парогенераторов или существенно облегчить защиту.

3. Уменьшается расход электроэнергии на циркуляционный насос первого контура.

4. Отсутствие какой-либо связи конденсатора и подогревателей низкого давления с реактором полностью снимает опасения образования медистых накипей в реакторе.

5. Парогенератор низкого давления является по существу конденсатором для первичного контура, ликвидируя всякую связь конденсатора турбины с первичным контуром. В связи с этим присосы в конденсаторе турбины могут быть допустимы без каких-либо нарушений в работе станции и реактора.

6. В парогенераторе низкого давления можно отказаться от применения для его поверхности нагрева аустенитных нер-



Фиг. 12. Схема атомной станции высоких параметров пара с перегревом пара первого контура в реакторе и парогенератором низкого давления:

1—реактор; 2—парообразующие каналы реактора; 3—паро-перегревательные каналы реактора; 4—барабан-сепаратор высокого давления; 5—циркуляционный насос первого контура; 6—цилиндр высокого давления турбины; 7—цилиндр низкого давления турбины; 8—конденсатор; 9—конденсатные насосы; 10—подогреватели низкого давления; 11—деаэратор; 12—питательный насос вторичного контура; 13—подогреватели высокого давления; 16—парогенератор низкого давления; 17—питательный насос первого контура; 18—дополнительный подогреватель

жавеющих сталей и перейти на углеродистые стали, т. к. при снижении температуры интенсивность процессов коррозии уменьшается, а применение электрополировки труб, как показывают исследования кафедры АЭС МЭИ, может увеличить их коррозионную стойкость практически вдвое. В связи с применением углеродистых сталей для поверхности нагрева парогенератора, водоподготовка второго контура может осуществляться не по методу обессоливания, а по более дешевому H—Na-катионированию.

Если же в целях большей надежности и для парогенератора низкого давления применить нержавеющие аустенитные стали, то при том же перепаде температур между теплоносителем и образующимся насыщенным паром весовой расход нержавеющей стали для парогенератора низкого давления будет существенно меньше, чем для парогенератора высокого давления в связи с меньшей толщиной стенки. Что же касается водоподготовки для второго контура, то она может быть и в этом случае осуществлена не по схеме обессоливания, а по более дешевой схеме H—Na-катионирования, так как проведенные на кафедре АЭС МЭИ исследования коррозии аустенитных нержавеющих сталей показали, что чувствительность этих сталей к коррозии под напряжением в присутствии Cl-иона резко зависит от давления (температуры) среды. При давлении 2,5 *ата* даже в условиях высоких концентраций Cl-иона (200 мг/л в котловой воде) коррозия под напряжением не имела места.

7. Так как продувка парогенератора не является активной, то производительность выпарной установки будет меньше, или при той же производительности выпарной установки можно соответственно увеличить продувку реактора.

8. Дополнительным преимуществом схемы является возможность снижения давления в парообразующих каналах реактора (с 150 *ат* до 110 *ат*) или же при сохранении того же давления в парообразующих каналах реактора повышение давления перед турбиной (с 90 *ат* до 130 *ат*).

Следует, однако, иметь в виду, что влажность пара после цилиндра высокого давления должна быть не более 11%, а его давление таким, чтобы при разности температур в парогенераторе порядка 15—20°C, давление пара перед цилиндром низкого давления турбины было более 1 *ата*. Для машины ВК-100 пар после цилиндра высокого давления является или насыщенным или слабоперегретым, а давление

его около 2 ата. Поэтому серийная машина ВК-100 может быть использована для схемы фиг. 12 с небольшой переделкой, заключающейся в удалении или последней ступени цилиндра высокого давления и сохранении неизменным ЦНД, или к удалению первой ступени цилиндра низкого давления. Интересно отметить, что поступление в цилиндр низкого давления турбины не влажного как раньше, а насыщенного пара, уменьшит влажность пара в последних ступенях машины, что безусловно благоприятно.

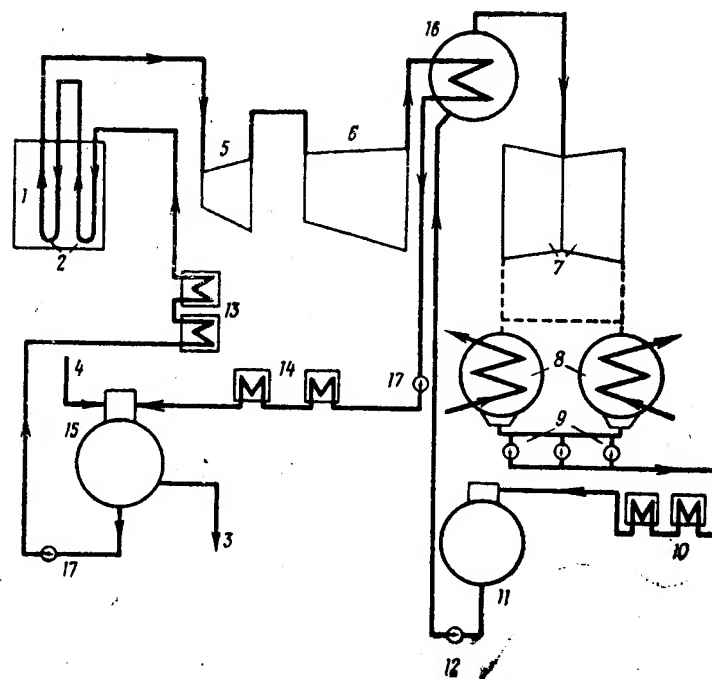
Схема фиг. 12 может быть распространена и на закритические параметры пара с сохранением всех преимуществ перечисленных выше для станции высоких параметров пара. Примерная схема такой станции для закритических параметров изображена на фиг. 13. При этом собственно тепловая схема не разрабатывалась, а ставилась задача организации такого водного режима, который обеспечил бы надежную работу станции закритических параметров пара и мог бы быть положен в основу ее тепловой схемы.

Первый контур имеет прямоточную систему каналов в реакторе, так как речь идет об однофазной системе. Несмотря на это, в схеме имеется возможность продувки первого контура для удаления продуктов коррозии. Соответственно появляется и восполнение убыли. Система первого контура должна иметь компенсатор объема, который может быть использован для вывода продувки и восполнения убыли и удаления кислорода, поступающего с подпиткой. Поэтому этот компенсатор условно изображен как деаэратор первого контура.

Замкнутый первый контур позволяет иметь в его воде содержание отдельных примесей, отвечающее растворимости их в паре для давлений, при которых пар в машине будет влажным и, следовательно, примеси нигде отлагаться не будет по тракту.

Содержание Си-иона также легко может поддерживаться на уровне, не вызывающем коррозии под напряжением для аустенитных нержавеющих сталей при их применении в качестве покрытий для тепловыделяющих элементов.

Схемы фиг. 12 и фиг. 13 позволяют на станции высоких и сверхвысоких параметров пара создать условия надежности работы оборудования и безопасности работы персонала на том же уровне, что и на двухконтурных станциях с водоводяными реакторами.



Фиг. 13. Схема атомной станции закритических параметров пара с парогенератором низкого давления:

1—реактор; 2—прямоточная система каналов реактора; 3—продувка первого контура; 4—восполнение убыли первого контура; 5—цилиндр сверхвысокого давления турбины; 6—цилиндр высокого давления турбины; 7—цилиндр низкого давления турбины; 8—конденсаторы; 9—конденсатные насосы; 10—подогреватели низкого давления; 11—деаэратор низкого давления; 12—питательный насос второго контура; 13—подогреватели высокого давления; 14—подогреватели низкого давления первого контура; 15—деаэратор первого контура; 16—парогенератор низкого давления второго контура; 17—питательные насосы первого контура

Паровая турбина для работы по схеме фиг. 13 может быть и без промежуточного перегрева. Между тем организация промежуточного перегрева в реакторе усложняет его конструкцию.

Для выбора параметров для отдельных частей машины, работающей по схеме фиг. 13, представляется правильным исходить из:

- а) допустимой влажности перед конденсатором;
- б) допустимой влажности на выходе из цилиндра высокого давления, то есть на входе в парогенератор, наряду с
- в) начальными параметрами, выбираемыми, исходя из условий работы реактора.

Схема станции по фиг. 13 может быть использована и для станции с турбинами насыщенного пара. Все отличие ее будет в этом случае заключаться в отсутствии перегрева в реакторе и в направлении в турбину насыщенного пара из реактора. Парогенератор при этом займет на схеме место, которое в схемах фиг. 1 предназначалось для промежуточного сепаратора. Такая схема является полностью двухконтурной и может с успехом конкурировать с двухконтурными станциями с водоводяными реакторами без кипения в реакторе.

СОДЕРЖАНИЕ

	Стр.
1. Введение	3
2. Рациональная организация водного режима одноконтурной атомной станции с кипящим реактором и обособленным парогенератором	6
3. Теплотехнические схемы организации водного режима атомной станции с высокими и сверхвысокими параметрами пара и перегревом в реакторе	18
4. Рациональная организация водного режима атомной станции с высокими и сверхвысокими параметрами пара при двухконтурном выполнении	26

Sanitized Copy Approved for Release 2011/01/24 : CIA-RDP80T00246A057500110001-1

Автор Тереза Христофоровна Маргулова.

Корректор Н. Ф. Коровятникова.

Л 119951 2/X—1959 г. Объем 2¹/₄ п. л. Зак. 1525. Тир. 300. Цена 70 коп.

Типография МЭИ

Sanitized Copy Approved for Release 2011/01/24 : CIA-RDP80T00246A057500110001-1

Sanitized Copy Approved for Release 2011/01/24 : CIA-RDP80T00246A057500110001-1

Sanitized Copy Approved for Release 2011/01/24 : CIA-RDP80T00246A057500110001-1

Цена 70 коп.

**МОСКОВСКАЯ ОРДЕНА ЛЕНИНА СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННАЯ
АКАДЕМИЯ имени К. А. ТИМИРЯЗЕВА**

Радиоизотопная лаборатория

А. О. ФУРМАН

**Практикум по применению
изотопов и излучений
в сельском хозяйстве**

ВЫПУСК I

**РАДИОМЕТРИЯ
(часть первая)**

МОСКВА—1959

МОСКОВСКАЯ ОРДЕНА ЛЕНИНА СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННАЯ
АКАДЕМИЯ имени К. А. ТИМИРЯЗЕВА

Радиоизотопная лаборатория

А. О. ФУРМАН

П Р А К Т И К У М
ПО ПРИМЕНЕНИЮ ИЗОТОПОВ
И ИЗЛУЧЕНИЙ В СЕЛЬСКОМ
ХОЗЯЙСТВЕ

ВЫПУСК I
РАДИОМЕТРИЯ
(часть первая)

Под общей редакцией
доктора химических наук
В. В. РАЧИНСКОГО

Москва—1959

ПРЕДИСЛОВИЕ

Тимирязевская сельскохозяйственная академия была одним из инициаторов развития работ по применению атомной энергии в биологии и сельском хозяйстве. В академии проводились важные исследования с применением изотопов и излучений, получившие широкую известность как в нашей стране, так и за рубежом. Академия в течение последних лет осуществляет также подготовку кадров по специальности применения изотопов и излучений в сельском хозяйстве. С конца 1957 г. подготовка кадров по данной специальности проводится в Радионизотопной лаборатории академии.

Данным руководством Радионизотопная лаборатория начинает публикацию учебных пособий по курсу «Применение изотопов и излучений в сельском хозяйстве» (двухмесячные курсы).

В первую очередь будут опубликованы описания работ практикума лаборатории. Практикум состоит из следующих разделов: радиометрия, дозиметрия, техника защиты, радиохимия и практикумы по специальным разделам курса.

Применение изотопов и ядерных излучений в научных исследованиях и практической работе требует от желающих работать в этой области серьезного изучения основ атомной физики, принципов и способов измерения радиоактивности, умения пользоваться различной измерительной аппаратурой и правильно интерпретировать результаты измерений. Необходимо также изучение основ дозиметрии и техники безопасности при работе с радиоактивными веществами.

Теоретические знания, полученные курсантами на лекциях, должны закрепляться путем выполнения ими лабораторных работ практикума. Не менее важной целью практикума является выработка у курсантов определенных навыков при работе с радиоактивными веществами.

В разделе курса «Радиометрия» изучаются методы измерения ядерных излучений.

Практикум по радиометрии будет издан в трех частях. Первая часть охватывает семь лабораторных работ, из которых шесть работ посвящены методике измерения радиоактивности при помощи газоразрядных счетчиков частиц и в последней работе № 7 изучается вопрос о статистических ошибках при измерении радиоактивности.

Во вторую часть практикума по радиометрии включены работы по изучению свойств радиоактивных изотопов и излучений (определение периода полураспада, изучение поглощения β -частиц в веществе и другие) и по определению абсолютной активности радиоактивных препаратов. Лабораторные работы, посвященные знакомству со сцинтилляционным счетчиком и другими типами радиометрической аппаратуры, а также работы по дозиметрии входят в третью часть практикума.

При постановке работ практикума по радиометрии Радиоизотопная лаборатория использовала опыт работы Биофизической лаборатории академии, учебных радиоизотопных лабораторий Физического института АН СССР, химического факультета МГУ и других учреждений.

РАБОТА № 1

УСТАНОВКА ТИПА Б-2 ДЛЯ ИЗМЕРЕНИЯ РАДИОАКТИВНОСТИ ПРИ ПОМОЩИ ГАЗОРАЗРЯДНЫХ СЧЕТЧИКОВ ЧАСТИЦ

Принцип работы счетных установок для измерения радиоактивности

Обнаружение и измерение радиоактивности основано на регистрации излучения, испускаемого радиоактивными атомами. При прохождении α -, β - и γ -излучения через различные вещества возникает ряд явлений: ионизация, люминесценция, фотографическое действие, тепловой эффект и т. д., которые могут быть зарегистрированы при помощи соответствующих специальных приборов. Широко распространены в современной экспериментальной технике приборы, использующие ионизирующее действие радиации—ионизационные камеры разных типов, газоразрядные счетчики частиц, камера Вильсона и др. Не останавливаясь на изложении различных методов регистрации радиоактивных излучений, которые исчерпывающе описаны в современной литературе по ядерной физике, перейдем к рассмотрению принципа измерения радиоактивности при помощи газоразрядного счетчика частиц—наиболее распространенного в настоящее время прибора для научных исследований и практических работ с радиоактивными изотопами.

Газоразрядный счетчик частиц. Газоразрядные счетчики частиц представляют собой газонаполненные трубки (счетные трубки), внутри которых помещаются два электрода—анод и катод. К электродам приложена высокая разность потенциалов.

На рис. 1 изображен часто встречающийся цилиндрический счетчик и схема его включения.

В данном случае счетчик представляет собой запаянную стеклянную трубку С, содержащую проводящий цилиндр К, по оси которого натянута тонкая металлическая нить А, слу-

жающая анодом. Вывод нити счетчика соединяется через сопротивление R с положительным полюсом источника постоянного высокого напряжения E . Цилиндр счетчика является катодом (обычно заземляется). Счетчики в зависимости от их типа наполняются различными газами. Широко распространены счетчики, наполненные газовой смесью, содержащей в качестве основного компонента благородный газ (аргон или гелий), а в качестве гасящего компонента—многоатомный газ (обычно пары спирта, метилата, изопентан и т. п.)

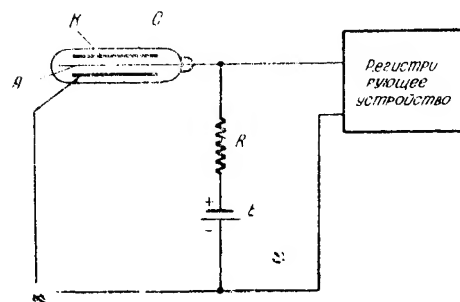


Рис. 1. Схема включения газоразрядного счетчика.

Это так называемые самогасящиеся счетчики. Общее давление газовой смеси зависит от природы наполняющих газов, конструкции счетчика и его назначения и варьирует от 10 см ртутного столба до 1 атм. Заряженная частица, проникшая в счетчик, создает на своем пути в газе положительные ионы и свободные электроны, которые под действием приложенного электрического поля в соответствии со знаком заряда устремляются к противоположным электродам. Электроны ускоряются электрическим полем до такой энергии, при которой они в свою очередь производят ионизацию встречных молекул газа. Вновь образующиеся при этом электроны, ускоряясь в поле, выбивают из атомов и молекул газа все новые и новые электроны, в результате чего число электронов,двигающихся к нити, лавинообразно нарастает. В счетчике первичное образование хотя бы одной пары ионов приводит к тому, что в течение времени, меньшего 10^{-6} секунды, на нить обрушивается лавина, содержащая до 10^9 электронов. Такой механизм усиления обычно называют вспышкой самостоятельного разряда. Приход отрицательных зарядов на нить резко снижает ее потенциал. На этом заканчивается так называемая активная стадия разряда. Затем начинается восстановление потенциала нити благодаря утечке электронов через сопротивление R . Это связано с движением более тяжелых и, следовательно, менее подвижных положительных ионов в сторону катода счетчика.

После восстановления потенциала нити счетчик готов к регистрации новой частицы. Таким образом, попадание в объем счетчика каждой ионизирующей частицы приводит к образованию величини самостоятельного разряда. При этом на сопротивлении R , включенном в цепь счетчика, создается кратковременный импульс напряжения. Импульс передается на регистрирующее радиотехническое устройство, которое приводит в действие механический нумератор. Показания нумератора соответствуют числу частиц, прошедших через счетчик за данное время.

Основное назначение счетчиков—регистрация частиц и квантов. Основное их достоинство—чрезвычайно высокая чувствительность: счетчик, как правило, реагирует на прохождение каждой ионизирующей частицы через его объем.

Регистрирующее устройство. Для регистрации импульсов напряжения, возникающих на сопротивлении R при прохождении через счетчик ионизирующих частиц, применяется специальное радиотехническое устройство. Импульс напряжения имеет вначале небольшую амплитуду. Чтобы зарегистрировать импульс при помощи показывающего прибора—нумератора, необходимо этот импульс предварительно усилить и преобразовать, т. е. придать ему нужную форму и длительность. Для этой цели используется радиотехническая схема, включающая в себя импульсный усилитель с формирующим и выходным каскадами. Эта схема выдает достаточно мощный импульс тока, который поступает на электро-механический счетчик и приводит в движение его стрелку.

Однако наличие в составе регистрирующего устройства только усилителя и электро-механического счетчика не удовлетворяет требованиям, предъявляемым к регистрации быстрых импульсов, следующих друг за другом через малые интервалы времени. Инерция электро-механического нумератора ограничивает пропускную способность (точнее—разрешающую способность) всей установки, так как электро-механический нумератор способен считать отдельно не более 100 импульсов в секунду, и то при условии их равномерного распределения во времени. Частота следования импульсов, генерируемых в газоразрядном счетчике ионизирующими частицами, нередко значительно превышает 100 импульсов в секунду. К этому следует добавить, что в силу статистического характера радиоактивного распада промежутки времени между импульсами неодинаковы. Все это приводит к тому, что установка будет «просчитывать» некоторое число импульсов и

результаты измерения активности окажутся заниженными.

Для регистрации всех импульсов от счетчика используют так называемые пересчетные приборы. На вход пересчетного прибора подаются импульсы от счетчика. После усиления и преобразования импульсы поступают на пересчетную схему, которая на каждую группу, состоящую из определенного числа k импульсов, отвечает со своего выхода одним импульсом. Число k называется кратностью пересчета. С выхода пересчетного прибора импульс после дополнительного усиления поступает на электромеханический счетчик (нумератор). Таким образом, частота срабатывания механического нумератора уменьшается в k раз и, следовательно, число просчетов регистрирующего устройства резко сокращается.

В комплект установки для регистрации радиоактивности входит также высоковольтный выпрямитель, служащий в качестве источника постоянного высокого напряжения, подаваемого на счетчик. Выпрямители питаются от сети переменного тока. Постоянное напряжение, снимаемое с выпрямителей, обычно стабилизируется для создания устойчивого режима работы счетчика. Так как счетчики разных типов требуют различного рабочего напряжения—от 300 до 1500 вольт, а иногда и выше, в высоковольтных выпрямителях предусматривается возможность плавной регулировки выходного напряжения (обычно в пределах от 200 до 2500 вольт).

На рис. 2 приведена блок-схема регистрирующей установки, в которую входят: высоковольтный выпрямитель, пересчетный прибор и электромеханический счетчик.

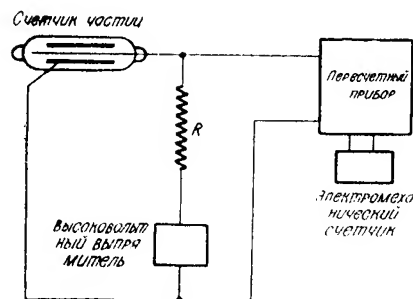


Рис. 2. Блок-схема регистрирующей установки.

Существуют различные типы установок для регистрации радиоактивных излучений. Выбор той или другой установки зависит от характера поставленной задачи, активности измеряемых объектов, типа применяемого счетчика и других факторов.

Мы переходим к изучению установки типа Б-2, отвечающей требованиям, предъявляемым

к аппаратуре для измерения радиоактивности в биологических и сельскохозяйственных исследованиях. Большинство работ настоящего практикума по радиометрии выполняется на установке типа Б-2.

Установка типа Б-2

Установка типа Б-2 (радиометр Б-2) предназначена для измерения радиоактивности при помощи газоразрядных счетчиков частиц. В комплект установки Б-2, выпускаемой нашей промышленностью, входят:

- а) Входной блок БГС-2 с держателем счетных трубок.
- б) Блок типа ВСП, состоящий из пересчетного устройства, электромеханического счетчика, секундомера типа СМ-60 (иногда секундомер прилагается отдельно) и высоковольтного выпрямителя для питания счетчиков.
- в) Комплект газовых счетчиков.
- г) Запасные радиолампы.

Входной блок БГС-2 представляет собой усилительную головку, связанную в единый блок с держателем счетных трубок. Вместо слабого электрического импульса, поступающего от счетчика, усилитель посылает в пересчетный прибор мощный импульс, амплитуда, форма и полярность которого более удобны для дальнейшей регистрации.

Счетчик включается в соответствующее гнездо, находящееся на панели БГС-2, причем нить счетчика («+») соединяется с входом усилительной головки, а катод («-») — с корпусом прибора («землей»). На другой панели блока БГС-2 имеются: штырь для присоединения высокого напряжения к нити счетчика («высокое напряжение»); фишка с пятью штырьками для соединения усилительной головки с пересчетным прибором («питание»).

Постоянное высокое напряжение подается на счетчик от высоковольтного выпрямителя, смонтированного в блоке ВСП и соединенного с блоком БГС-2 гибким кабелем.

Возникающие в счетчике импульсы через конденсатор (внутри БГС-2) подаются на управляющую сетку радиолампы 6Ж8, усиливаются этой лампой и по экранированному кабелю поступают на вход пересчетного устройства блока ВСП. По этому же кабелю подаются питающие напряжения на лампу 6Ж8 через фишку «питание». Внутри блока БГС-2 имеется высокоомное сопротивление $R=2$ мгом, через которое высокое напряжение подается на нить счетчика. Такое

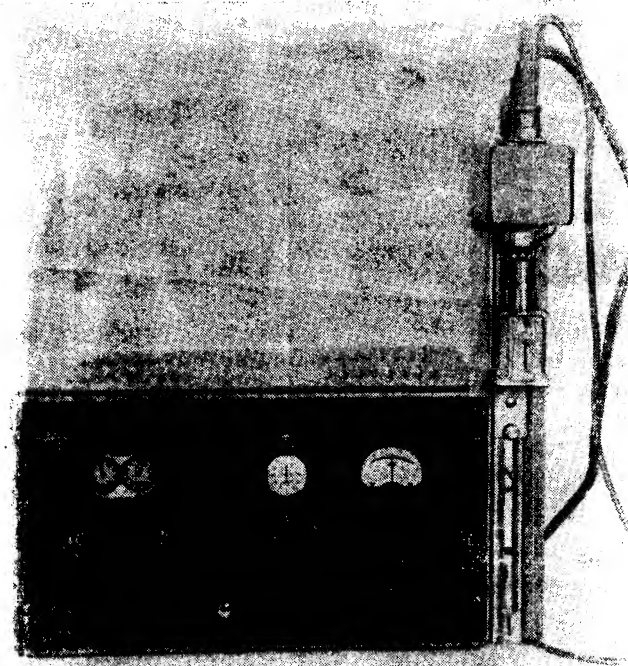


Рис. 3. Внешний вид установки типа Б-2; металлические салазки блока БГС-2 крепятся винтами к передней панели блока ВСП; торцовый счетчик частиц укреплен в плексигласовой подставке.

сопротивление допускает работу с самогасящимися счетчиками Гейгера—Мюллера (см. работу № 2).

Крепление счетчиков может осуществляться разными способами в зависимости от типа счетчика и условий работы. Часто счетчики помещаются в свинцовые домики для уменьшения внешнего фона (см. рис. 13). Иногда торцовые счетчики укрепляются в плексигласовой подставке, которая прижимается винтом к металлическим салазкам блока БГС-2, как показано на рис. 3.

Блок типа ВСП содержит пересчетное устройство, электромеханический счетчик и высоковольтный выпрямитель.

Пересчетное устройство. Импульсы напряжения поступают с выхода блока БГС-2 на вход пересчетного устройства блока ВСП. В пересчетном приборе предусмотре-

по переключение кратности пересчета, $k = 1, 4, 16, 64$. Нужный коэффициент пересчета устанавливается при помощи переключателя, расположенного на среднем отсеке лицевой панели блока ВСП. Например, если переключатель установлен в положение « $\times 64$ », пересчетное устройство на поступившие 64 импульса высылает один сигнал на электромеханический счетчик. При положении переключателя « $\times 1$ » пересчета не осуществляется, т. е. каждый входной импульс передается на электромеханический счетчик. На средней части лицевой панели расположен ряд из шести неоновых лампочек. При помощи этих ламп определяется число импульсов, зарегистрированных в пределах группы данной кратности k . Первой лампе соответствует 1 дополнительный импульс, второй—2, третьей—4, четвертой—8, пятой—16, шестой—32. Это отмечено цифрами, стоящими справа от ламп. Если, например, при $k = 64$ в момент окончания счета горят первая, третья и шестая лампочки, то следует к показаниям электромеханического счетчика добавить $1 + 4 + 32 = 37$ импульсов. Следовательно, полное число импульсов, поступивших на пересчетный прибор, подсчитывается по формуле: $n = ak + b$, где a —показания электромеханического счетчика, k —кратность пересчета, b —сумма цифр у горящих неоновых ламп.

Под переключателем пересчета расположена кнопка «Сброс», при нажатии которой пересчетная схема возвращается в исходное состояние и все неоновые лампы гаснут.

В крайнем правом положении («пров.») переключатель пересчета включает проверку работы пересчетного прибора. При этом на вход пересчетного прибора подается переменный ток частотой 50 периодов в секунду. В положении «проверка» осуществляется пересчет на 64, а общее число импульсов при нормальной работе установки должно быть равно 3000 импульсов в минуту.

На левом отсеке лицевой панели расположены два тумблера и сигнальная лампочка. Тумблер «Сеть» в положении «вкл.» включает питание всей установки, при этом загорается сигнальная лампочка. Тумблер «Пуск» включает работу пересчетного прибора. Когда измерения окончены, этот тумблер переводят в положение «выкл.». Питание пересчетного устройства производится от сети переменного тока 110, 127 или 220 вольт. В зависимости от напряжения питающей сети устанавливают колодку трансформатора прибора (на задней стенке) в нужное положение. В наших условиях напряжение сети равно 220 вольт. На задней панели пересчетного устройства блока ВСП

выведен кабель для подключения блока к питающей сети, а также имеются фишка «вход БГС-2» для подключения кабеля от БГС, входные и выходные клеммы пересчетного устройства и предохранитель на 2а.

Электромеханический счетчик. Электромеханический счетчик (нумератор) типа СБ-1М смонтирован внутри блока ВСП. Основной частью механического счетчика является электромагнит. Проходя через обмотку электромагнита, поступающий от пересчетной схемы импульс тока вызывает срабатывание рычага, притягивающегося к сердечнику магнита. При этом посредством системы шестеренок и трибок приводятся в движение стрелки двух циферблатов. Оба циферблата разделены на 100 частей. После прохождения каждого импульса тока стрелка правого циферблата, обозначенного «х1», перемещается скачком на одно деление. Стрелка второго циферблата «х100» перемещается постепенно на одно деление после того, как через счетчик прошли 100 импульсов. Циферблаты механического счетчика выведены на лицевую панель блока ВСП. Перед каждым измерением устанавливают оба циферблата на нуль при помощи ручек, расположенных сверху смотрового окна электромеханического счетчика. Слева от счетчика имеется тумблер, которым при желании можно включать или выключать электромеханический счетчик. Обычно этим тумблером не пользуются.

Высоковольтный выпрямитель. В правом отсеке блока ВСП расположен высоковольтный выпрямитель. На лицевой панели справа имеется вольтметр, контролирующий выходное напряжение выпрямителя. Шкала вольтметра разбита на деления по 100 вольт и имеет пределы от 0 до 2500 вольт. При помощи ручки потенциометра—«регулятор напряжения», расположенной под вольтметром, устанавливается желаемое напряжение на счетчике в пределах от 200 до 2500 вольт с точностью $\pm 5\%$. Стабилизация высокого напряжения осуществляется при помощи газовых стабилизаторов СГ-4с, находящихся внутри блока. Схема выпрямителя обеспечивает возможность заземления как положительного, так и отрицательного полюсов. Обычно на нить счетчика подается положительное высокое напряжение. Для этого на задней стенке блока ВСП имеется высоковольтное гнездо со знаком «+», в которое вставляется экранированный кабель, идущий к фишке «высокое напряжение» блока БГС-2. Одновременно в другое гнездо со знаком «—» вставляется заземляющая заглушка. Если возникает необходимость подачи отрицательного напря-

жения, то фишка кабеля и заглушка меняются местами. Следует помнить, что на выходе выпрямителя может быть создано высокое напряжение (до 2500 вольт), и поэтому необходимо соблюдать соответствующие правила техники безопасности. Корпус установки нужно обязательно заземлять. Присоединение к земле производится при помощи клеммы на задней панели выпрямителя, обозначенной буквой «З».

При выключении установки конденсаторы высоковольтного выпрямителя разряжаются медленно, вследствие чего высокое напряжение на выходе выпрямителя сохраняется некоторое время после выключения прибора. Для снятия напряжения необходимо после выключения прибора нажать кнопку «замыкание высокого напряжения», расположенную в правом нижнем углу лицевой панели блока ВСП.

На рис. 4 приведена схема соединения частей и расположение ручек управления установки Б-2.

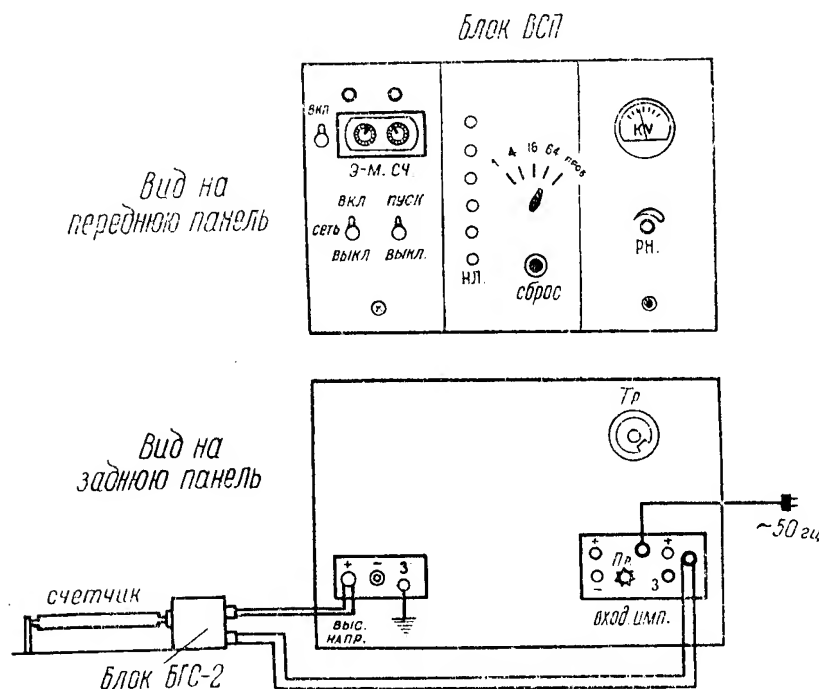


Рис. 4. Схема нуля и соединения частей установки типа Б-2.

В настоящем руководстве не рассматриваются радиотехническое устройство и принципы работы отдельных узлов установки типа Б-2, поскольку эти вопросы требуют специальной подготовки по радиотехнике. С техническими данными, схемой и принципом действия, конструкцией и вопросами эксплуатации установки Б-2 можно ознакомиться по инструкции «Радиометр типа Б-2», изданной Министерством радиотехнической промышленности СССР.

Принадлежности: 1. Установка типа Б-2. 2. Торцовый счетчик Т-25-БФЛ в свинцовом домике. 3. Подставка для счетчика и образцов. 4. Секундомер. 5. Урановый препарат.

Упражнение 1

Подготовка и проверка работы установки типа Б-2

1. Проверить заземление корпуса установки. Установить колодку трансформатора в положение, соответствующее напряжению питания сети переменного тока.

2. Подключить блок БГС-2 к пересчетному прибору и высоковольтному выпрямителю блока ВСП посредством соединительных кабелей.

3. Установить торцовый счетчик Т-25-БФЛ в свинцовый домик; подать заземление на корпус счетчика.

4. Поставить тумблеры установки в положение «выключено», повернуть ручку потенциометра высоковольтного выпрямителя против часовой стрелки до упора.

5. Включить сетевой шнур в розетку сети переменного тока.

6. Включить тумблер «Сеть» на пересчетном приборе. При этом должна загореться контрольная лампочка. Прибору необходимо дать прогреться в течение 10—15 минут.

7. Установить переключатель пересчета в положение «Проверка».

8. Включить тумблер «Пуск». Все неоновые лампочки должны «перемигиваться», электромеханический счетчик должен регистрировать импульсы проверки.

9. Выключить тумблер «Пуск» и, нажав кнопку «Сброс», сбросить показания горящих неоновых лампочек (все горящие неоновые лампочки должны потухнуть).

10. Поставить циферблаты электромеханического счетчика импульсов в нулевое положение.

11. Одновременно включить тумблер «Пуск» и пустить секундомер. Произвести отчет числа импульсов проверки в те-

чение 1 минуты. Для этого по истечении времени измерения (1 минута) одновременно выключить тумблер «Пуск» и остановить секундомер.

12. Списать показания электромеханического счетчика с учетом коэффициента пересчета «к» (в положении переключателя пересчета «Проверка» кратность пересчета составляет 1:64, т. е. $k=64$) и чисел, стоящих у горящих неоновых лампочек. Результат измерения подсчитывается по формуле:

$$n = ak + v,$$

где a — показания электромеханического счетчика, k — коэффициент пересчета, v — сумма чисел, стоящих у горящих неоновых лампочек.

13. Аналогичные измерения числа импульсов проверки провести в течение 2-х, 3-х, 4-х, 5-ти минут. Перед началом каждого измерения нажимают кнопку «Сброс» и устанавливают циферблаты электромеханического счетчика на нуль.

Указание. Снимая показания электромеханического счетчика, необходимо учитывать, что стрелка правого циферблата приводится в движение от каждого поступающего на электромеханический счетчик импульса, в то время как стрелка на левом циферблате движется плавно, проходя одно деление в результате поступления 100 импульсов. Часто бывает затруднительным определить, перешла ли стрелка левого циферблата через определенное деление или же не дошла до него. В этом случае следует обратить внимание на правый циферблат. Пусть, например, стрелка на левом циферблате стоит на делении 30, а стрелка на правом показывает 10; тогда показание нумератора будет равно $30 \times 100 + 10 = 3010$. Пусть в другом опыте стрелки остановились на делениях соответственно 30 и 90; тогда число зарегистрированных механическим счетчиком импульсов будет равно 2990 (т. е. стрелка левого циферблата в этом случае не дошла до деления 30), а не 3090, как казалось бы на первый взгляд. Это обстоятельство следует иметь в виду во всех дальнейших измерениях, проводимых при помощи электромеханических счетчиков.

14. Сравнить результаты отдельных измерений скорости счета (числа импульсов в минуту) с частотой импульсов проверки (частота переменного тока сети составляет 50 периодов в 1 секунду, т. е. 3000 импульсов в 1 минуту).

Расхождение между отдельными измерениями не должно превышать 2% при нормально работающем приборе и точном включении пересчетной установки и секундомера.

15. Результаты измерений записать в таблицу 1.

Таблица 1

Установка № _____		Проверка пересчетного прибора					
№ изме- рения	Время отдель- ного изме- рения, t мин.	Кэффц. пересчета k	Показан. элект- ромеханич. счетчика a	Сумма цифр у горящих неоно- вых лампочек b	Число зарегистр. импульсов за время счета $n = ak + b$	Скорость счета $N = \frac{n}{t}$ имп/мин	Отклонение скорости счета от частоты 50 гц $\frac{3000 - N}{3000} \cdot 100\%$
1	1	64					
2	2	64					
3	3	64					
4	4	64					
5	5	64					

Упражнение 2

Работа установки Б-2 со счетчиком частиц

Данное упражнение имеет цель дать первое практическое знакомство с измерением радиоактивности на счетной установке Б-2.

Если поднести к счетчику радиоактивный препарат, то счетная установка начнет регистрировать импульсы, число которых в единицу времени характеризует активность препарата. Число импульсов в минуту, сосчитанное установкой при измерении активности данного препарата, принято называть скоростью счета (N имп/мин.). Связь между скоростью счета и количеством распадающихся в единицу времени радиоактивных ядер препарата (абсолютной активностью) будет подробно рассмотрена в соответствующих работах.

Счетная установка регистрирует отдельные импульсы даже в том случае, когда радиоактивный препарат отсутствует. Это так называемый фон счетчика, обусловленный действием ряда причин, которые рассматриваются в работе № 3. Порядок выполнения упражнений следующий.

1. Перевести переключатель пересчета в положение « $\times 64$ ». Установить нули на механическом нумераторе. Включить тумблер «Пуск».

2. Установить радиоактивный препарат урана на 3-ю позицию столика-подставки для образцов.

3. Плавно вращая ручку потенциометра выпрямителя по часовой стрелке, увеличивать напряжение на счетчике до тех

пор, пока не «замигают» неоновые лампочки на пересчетном приборе. Записать напряжение начала счета, V_n .

Указание. В установке Б-2 напряжение на выходе растет медленнее, чем на показывающем приборе. Поэтому нужно очень медленно вращать ручку регулятора, ожидая установления данного значения напряжения. Не рекомендуется устанавливать напряжение от большего значения к меньшему.

4. Установить рабочее напряжение на торцовом счетчике Т-25-БФЛ $V_p = V_n + 100$ вольт. Такой выбор рабочего напряжения объясняется особенностями данного счетчика, о которых будет сказано в дальнейшем.

Подготовить установку к измерениям. Выждать 3 минуты и снова проверить по вольтметру постоянство установленного рабочего напряжения. Установка готова к работе.

5. Произвести измерение активности (скорости счета) уранового препарата в течение 3 минут. Результаты измерения с учетом коэффициента пересчета $k=64$ и показаний неоновых лампочек записать в таблицу 2.

Таблица 2

Установка № _____		Счетчик Т-25-БФЛ № _____				
V_p вольт		Препарат урана на позиции № 3				
№ измерения	Время измерения t мин	Коэффициент пересчета k	Показания электромеханич. счетчика, а	Сумма показаний неоновых лампочек, в	Число зарегистрированных импульсов, n имп	Скорость счета $N = \frac{n}{t}$ имп/мин
1	3	64				
2	3	64				
3	3	64				

$$N_{cp} = \dots \text{имп/мин}$$

4	3	16				
5	3	4				
6	3	1				

То же повторить 2 раза.

6. Аналогичные измерения активности провести при коэффициентах пересчета $\times 16$, $\times 4$, $\times 1$ по одному разу.

7. Убрать радиоактивный препарат. Наблюдать за работой установки в отсутствии излучения (фон).

8. Вывести стрелку вольтметра на нуль. Нажать кнопку «Замыкание высокого напряжения». Выключить тумблер «Сеть». Вынуть шнур питания из розетки.

ЛИТЕРАТУРА

«Радиометр типа Б-2». Описание и инструкция. Министерство радиотехнической промышленности, 1957.

РАБОТА № 2

ИЗУЧЕНИЕ РАБОТЫ СЧЕТЧИКОВ ИОНИЗИРУЮЩИХ ЧАСТИЦ

В данной работе более детально рассматриваются явления, происходящие в газоразрядных счетчиках при регистрации ионизирующих частиц.

Изменение свойств счетчика в зависимости от напряжения. Напомним, что основными элементами любого газоразрядного счетчика радиоактивных излучений являются два электрода, между которыми создается разность потенциалов. Ионизирующая частица, проникая в межэлектродное пространство, вызывает ионизацию некоторого числа атомов и молекул газа, наполняющего счетчик. Увлекаемые электрическим полем положительные ионы движутся к катоду, а отрицательные ионы, которые чаще всего являются электронами, устремляются к аноду. Явления, происходящие при этом в счетчике, и вместе с тем его свойства существенно зависят от напряжения, подаваемого на счетчик.

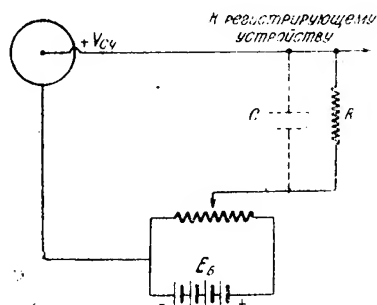


Рис. 5. Принципиальная схема включения счетчика.

На рис. 5 показано включение счетчика в схему, в которой предусмотрена возможность изменения напряжения, подаваемого на электроды счетчика. Нить счетчика через сопротивление R подается положительное напряжение, цилиндр счетчика соединен с отрицательным полюсом батареи. Под емкостью C подразумеваются все распределенные емкости схемы. Конструкция счетчика, состав и давление наполняющего его

газа могут варьировать в широких пределах в зависимости от требований, предъявляемых к счетчику (см. ниже). Предположим вначале, что счетчик наполнен одноатомным или двухатомным газом при давлении ≈ 100 мм рт. ст. Поскольку потенциал нити положителен по отношению к цилиндру, нас будет интересовать соби́рание электронов на центральном электроде, которое приводит к внезапному падению потенциала нити, называемому импульсом напряжения. Возникающий на нити, вследствие прохождения через счетчик ионизирующей частицы, импульс напряжения передается на регистрирующую схему или на вход катодного осциллографа (см. ниже). В зависимости от напряжения процесс соби́рания отрицательного заряда на нити будет качественно и количественно различен. При низких напряжениях система ведет себя как ионизационная камера. При последовательном увеличении напряжения прибор становится сначала пропорциональным счетчиком, а затем—счетчиком Гейгера. Это можно иллюстрировать графиком изменения величины импульса, возникающего на центральном электроде в зависимости от напряжения и величины начальной ионизации (рис. 6).

Сравним два импульса с различной начальной ионизацией, например, от прохождения через счетчик быстрого электрона (бета-частицы) и альфа-частицы. Удельная ионизация (число пар ионов, образуемых заряженной частицей на пути в 1 см воздуха) существенно различна для β -частиц и α -частиц. Альфа-частица, проходя в счетчике путь в несколько см, образует приблизительно 10^3 — 10^4 пар ионов (для счетчика с давлением газа порядка 0,1 атм), в то время как на пути бета-частицы в таком счетчике образуется примерно от 5 до 50 пар ионов. При очень низких напряжениях не все электроны, образованные в счетчике ионизирующей частицей, достигают центрального электрода, некоторые из них рекомбинируют, т. е. соединяются с положительными ионами и образуют нейтральные молекулы. Эта область напряжений соответствует начальному участку кривой на рис. 6, когда величина импульса растет с увеличением напряжения. При дальнейшем повышении напряжения оно становится достаточным для перемещения всех образовавшихся зарядов на электроды. В этом случае мы имеем т. н. ток насыщения, который иллюстрируется на графике горизонтальным участком кривой. Сила ионизационного тока и, следовательно, величина импульса при постоянных условиях облучения не зависят от напряжения на электродах.

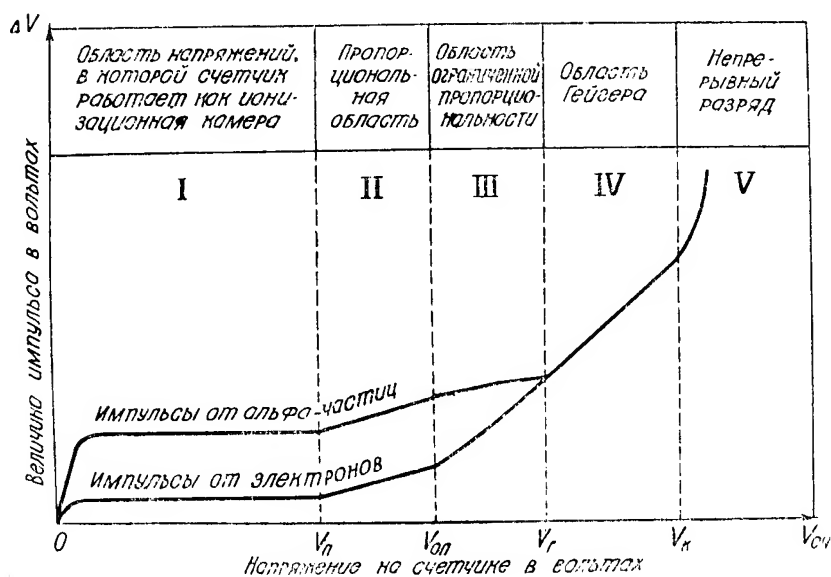


Рис. 6. Зависимость величины импульса от напряжения на нити счетчика и начальной ионизации.

При низких напряжениях электроны на пути к нити не ионизуют и добавочные ионы не образуются. Прибор, работающий в таком режиме, действует как ионизационная камера. Режиму ионизационной камеры соответствует область I рис. 6, причем величины импульсов от α -частицы и от β -частицы находятся в строгой пропорциональности с начальной ионизацией, произведенной этими частицами. Величину импульса напряжения можно оценить по формуле $\Delta V = \frac{\Delta q}{C}$

Здесь $\Delta q = e \cdot n$ — изменение заряда нити в результате прихода на нее n электронов, каждый из которых несет заряд $e = 1,6 \cdot 10^{-19}$ кулона; C — емкость системы в микромикрофарадах. Если величину импульса напряжения выражать в вольтах, то

$$\Delta V = \frac{1,6 \cdot 10^{-7}}{C} \cdot n \text{ вольт.}$$

Импульсы от альфа-частиц при работе в режиме ионизационной камеры не превышают 10^{-3} вольта. Для того чтобы зарегистрировать такой небольшой импульс, приходится приме-

нять усилители с очень большим усилением, что создает ряд практических трудностей. Регистрация же отдельных β -частиц в режиме ионизационной камеры часто оказывается невозможной, ввиду малости импульса.

При дальнейшем повышении напряжения на счетчике $V_{сч}$ возникает новый механизм—ударная ионизация. Сначала непосредственно около нити, где напряженность поля особенно велика, а затем и вдали от нити электроны, ускоряясь полем, приобретают кинетическую энергию, достаточную для ионизации встречных атомов и молекул газа. Вторичные электроны, возникшие в результате ударной ионизации, вместе с начальными устремляются к нити, ускоряются полем и также вызывают ионизацию ударом. В результате падение напряжения ΔV на нити счетчика, созданное приходом электронной лавины, оказывается во много раз больше, чем в случаях малых значений $V_{сч}$, когда «газовое усиление» отсутствует. Эта область II называется областью пропорционального режима, а счетчик, работающий в таком режиме,—пропорциональным счетчиком.

В пропорциональной области $\Delta V = \frac{1,6 \cdot 10^{-7} \text{ п.А}}{C} \cdot A$, где

A —коэффициент газового усиления. В режиме ионизационной камеры $A=1$, в конце пропорциональной области величина A достигает 10^5 . Сравнение величин двух импульсов, соответствующих разной начальной ионизации, показывает, что они строго пропорциональны величине начальной ионизации, т. е. коэффициент усиления A не зависит от числа первичных ионов, образованных в счетчике.

По мере дальнейшего роста напряжения на счетчике коэффициент газового усиления продолжает увеличиваться, но его значение уже зависит от начальной ионизации. Это приводит к тому, что импульсы, вызванные сильно ионизирующими частицами, усиливаются меньше, чем импульсы от слабо ионизирующих частиц. Эта область III называется областью ограниченной пропорциональности.

При еще больших значениях напряжения $V_{сч}$ величина импульса уже оказывается независимой от начальной ионизации. Усиление настолько большое ($A \approx 10^9$), что при появлении в счетчике хотя бы одной пары ионов происходит вспышка газового разряда. Эта область напряжений, при которых в счетчике возникает самостоятельный газовый разряд, называется областью Гейгера (IV на рис. 6), а счетчик,

работающий в этом режиме,—счетчиком Гейгера-Мюллера. Все импульсы, возникающие в счетчике Гейгера-Мюллера, имеют при данном напряжении постоянную величину, которая не зависит от типа и энергии регистрируемой частицы. Кривые на рис. 6, соответствующие импульсам от α и β -частиц, начиная с некоторого значения напряжения V_r (порог области Гейгера) сливаются в одну кривую. Величина импульса в области Гейгера может достигать нескольких вольт и этот импульс сравнительно нетрудно зарегистрировать при помощи простой радиосхемы.

Продолжая увеличивать разность потенциалов между анодом и катодом, мы переводим счетчик в область непрерывного разряда (V), который состоит из большого числа следующих друг за другом импульсов, не связанных с прохождением частиц через счетчик. Таким образом, режим работы счетчика зависит от величины приложенной к его электродам разности потенциалов.

Обычно при регистрации α -частиц и нейтронов пользуются пропорциональными счетчиками или работающими в режиме ограниченной пропорциональности, а при регистрации β -частиц и γ -квантов—счетчиками, работающими в области Гейгера. В данном практикуме по радиометрии мы будем иметь дело преимущественно со счетчиками Гейгера-Мюллера.

Механизм разряда в счетчике Гейгера-Мюллера. Рассмотрим подробнее механизм разряда в счетчике, работающем в области Гейгера.

Вспышка самостоятельного разряда, возникающая в счетчике при прохождении ионизирующей частицы, не ограничивается определенным участком объема счетчика между местом первичного образования ионов и нитью. Ультрафиолетовое излучение атомов и молекул газа, возбуждаемых в процессе активной стадии разряда, приводит к распространению разряда на всю длину счетчика. Это происходит за очень малый промежуток времени благодаря тому, что фотоны ультрафиолетового излучения, возникающие преимущественно вблизи от нити, могут вырывать фотоэлектроны из любой точки катода счетчика, образуя тем самым дополнительные лавины. Поэтому, в каком бы месте счетчика ни возник разряд первоначально, ультрафиолетовое излучение, сопровождающее процесс разряда, мгновенно распространит разряд на весь объем счетчика. Таким образом, вокруг всей нити образуется облако электронов и положительных ионов. В силу большой подвижности электроны за время, меньшее 10^{-6} сек,

соберутся на нити, тогда как образовавшийся вокруг нити «чехол» из положительных ионов в течение этого времени практически остается неподвижным. Положительный «чехол» снижает напряженность электрического поля вблизи нити, в результате чего дальнейшая ударная ионизация, а вместе с ней и активная стадия разряда прекращаются (рис. 7а). Приход отрицательного заряда (до 10^9 электронов) на нить резко снижает ее положительный потенциал. После окончания активной стадии разряда положительный ионный «чехол» на-

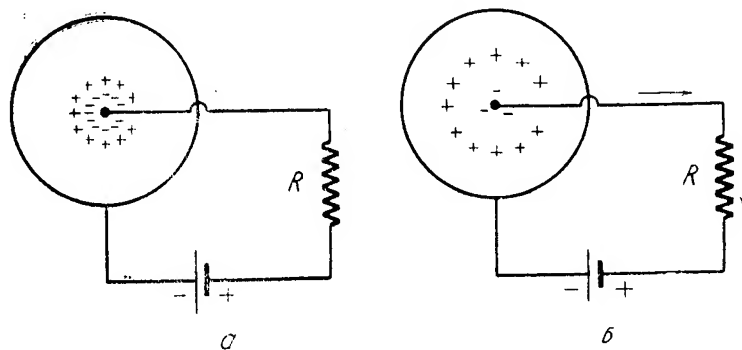


Рис. 7. Стадии разряда в счетчике Гейгера-Мюллера: а — конец активной стадии (точка 2 на рис. 8); б — стадия восстановления (точка 3 на рис. 8).

чинает медленно двигаться к катоду (рис. 7б). По мере удаления слоя положительных ионов от нити, экранирующее действие будет ослабляться, а потенциал нити сначала еще падает до некоторого минимального значения, а затем восстанавливается вследствие утечки электронов через сопротивление R . Когда положительные ионы отойдут на некоторое расстояние от нити, при котором напряженность поля вблизи нити станет достаточной для образования лавины, в счетчике может вспыхнуть новый разряд. К моменту прихода положительных ионов на стенки цилиндра потенциал нити полностью восстанавливается. Восстановление потенциала происходит по зако-

ну $\Delta V = \Delta V_m e^{-\frac{t}{RC}}$, где ΔV_m — максимальное падение потенциала. Продолжительность этого процесса определяется произведением RC (постоянная времени) цепи счетчика и имеет порядок 10^{-4} сек.

На рис. 8 изображено изменение потенциала нити счетчика во время разряда. По оси абсцисс отложено время, по оси ординат—изменение потенциала нити. График соответствует форме импульса напряжения, снимаемого с сопротивления R .

Достигая катода, положительные ионы газа нейтрализуются путем присоединения электронов, вырванных ими из стенок катода. При этом образуются нейтральные молекулы газа в возбужденном состоянии. Эти молекулы теряют свою

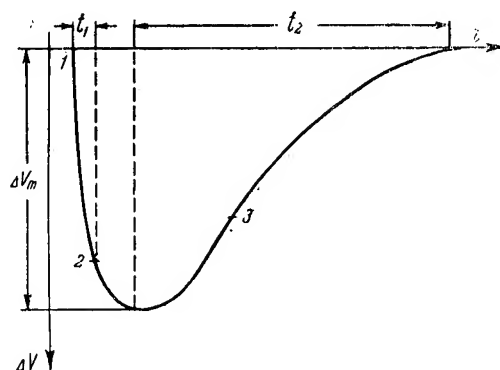


Рис. 8. График изменения потенциала нити счетчика. $t_1 \approx 10^{-6}$ сек.; $t_2 \approx 10^{-4}$ сек.; 1—начало активной стадии разряда; 2—конец активной стадии; 3—стадия восстановления.

энергию путем испускания ультрафиолетового излучения, которое, попадая на стенки счетчика, в свою очередь, выбивает из них фотоэлектроны. Возбужденные молекулы газа могут также непосредственно вырывать электроны с катода. Выбитые в результате фотоэффекта с катода электроны, двигаясь к нити, дают начало новой лавине электронов и вызывают вторую вспышку самостоятельного разряда, т. к. к этому времени потенциал нити и напряженность поля в счетчике уже полностью восстановились. В счетчике снова возникает импульс, за ним следующий и т. д. Итак, на появление одной ионизирующей частицы счетчик отвечает непрерывающимся многоступенчатым разрядом и, следовательно, не в состоянии регистрировать другие частицы. Такие явления происходят в счетчиках, заполненных одно- и двухатомными газами.

Задача состоит в том, чтобы погасить разряд, вызванный прохождением через счетчик ионизирующей частицы. В зависимости от механизма гашения разряда счетчики подразделяются на несамогасящиеся и самогасящиеся.

В несамогасящихся счетчиках разряд обычно гасится из-за понижения потенциала нити. Для этой цели в цепь включается высокоомное сопротивление R (порядка 10^9 ом). При таком сопротивлении восстановление потенциала нити происходит значительно медленнее, и к моменту прихода положительных ионов на катод потенциал нити не успевает восстановиться. Возникающая повторная лавина электронов развивается уже при меньшей разности потенциалов. Эта лавина, попадая на нить, еще более снижает ее потенциал. После ряда последовательных лавин потенциал нити снизится до такой величины, при которой не могут возникать новые вспышки разряда, разряд в счетчике погаснет и начнется восстановление потенциала нити. После того, как потенциал нити возрастет до первоначальной величины, счетчик готов к регистрации следующей частицы. При таком механизме гашения разряда в счетчике Гейгера-Мюллера образуется сложный импульс, имеющий форму, приведенную на рис. 9.

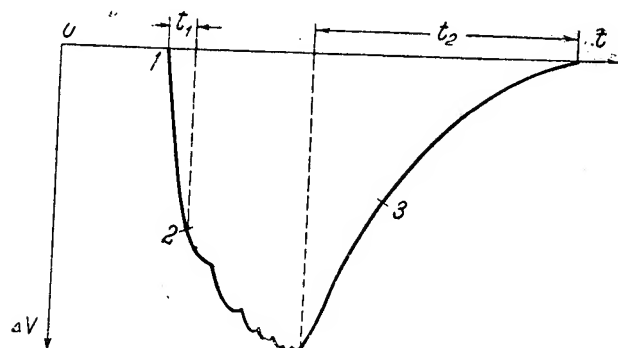


Рис. 9. Многоступенчатый импульс в несамогасящемся счетчике Гейгера-Мюллера. $t_1 \approx 10^{-6}$ сек.; $t_2 \approx 10^{-2}$ сек.

Зубцы, наблюдаемые на кривой изменения потенциала нити, соответствуют моментам возникновения последовательных вспышек разряда, о которых упоминалось выше. При большой величине сопротивления в цепи счетчика длительность элект-

рического импульса также будет велика—порядка 10^{-2} секунды. Это обстоятельство сильно ограничивает допустимую скорость счета (число импульсов в единицу времени). Максимальная скорость счета в этом случае меньше 100 импульсов в секунду.

Во избежание этого при работе с несамогасящимися счетчиками часто применяют специальные «гасящие» устройства—ламповые радиосхемы, снижающие потенциал нити сразу же после прихода на нить первой лавины. В этом случае импульс имеет простую одноступенчатую форму (см. рис. 8), длительность его значительно меньше, и счетчик соответственно работает **более быстро**.

В **самогасящихся** счетчиках, которые получили наибольшее распространение, разряд прекращается за время порядка 10^{-4} секунды вне зависимости от наличия высокоомного сопротивления или гасящей радиосхемы. Это достигается благодаря наполнению счетчика специальной газовой смесью, состоящей обычно из аргона (или гелия) с добавкой многоатомного газа—паров спирта или этана, метилалка, изопентана, диэтилового эфира и т. п.

Роль гасящей газовой смеси заключается в том, чтобы не допустить возникновения новой электронной лавины при подходе положительных ионов к катоду и, таким образом, ограничить разряд одной стадией. Наличие в самогасящихся счетчиках смеси одноатомного и многоатомного газов обеспечивает внутреннее гашение разряда.

Почему счетчик, наполненный, например, аргоном при давлении 90 мм Hg и парами спирта при давлении 10 мм Hg, (имеются в виду парциальные давления), работает как самогасящийся? Многоатомные молекулы обладают той особенностью, что, будучи возбуждены, не высвечивают избыточную энергию возбуждения, как простые молекулы, а распадаются (диссоциируют). Положительный ион спирта, подойдя к катоду и присоединив к себе вырванный из стенки цилиндра электрон, образует нейтральную, но возбужденную молекулу, которая распадается, не успевая высветиться или вырвать из стенки (за счет энергии возбуждения) второй электрон, что могло бы вызвать новую лавину. Для того чтобы не допустить подхода к катоду ионов одноатомного газа—аргона, которые могут вызвать эмиссию электронов, состав гасящей смеси подбирается таким, чтобы потенциал ионизации многоатомного газа был ниже ионизационного потенциала основного газа. Известно, что потенциал ионизации атома

аргона составляет 15,7 в, а потенциал ионизации молекулы спирта—примерно 11,3 в. При движении от нити к катоду положительные ионы аргона сталкиваются с нейтральными молекулами спирта. Так как у спирта потенциал ионизации ниже, чем у аргона, то при соударении происходит переход электрона с нейтральной молекулы спирта на положительный ион аргона. В результате образуется возбужденный атом аргона, который переходит в нормальное состояние с испусканием ультрафиолетового излучения. Однако большинство ультрафиолетовых фотонов не достигает катода, вследствие поглощения их молекулами спирта с последующей диссоциацией.

По мере продвижения ионного «чехла» от нити к катоду в нем будет возрастать число ионов спирта и убывать число ионов аргона. При соответствующем подборе процентного содержания газовой смеси ионы аргона за время распространения «чехла» успевают полностью нейтрализоваться, отбирая электроны у молекул спирта, в результате чего к катоду приходят лишь ионы спирта. Таким образом, присутствие в самогасящихся счетчиках многоатомной компоненты препятствует продвижению ионов основного газа к стенкам цилиндра и тем самым не допускает возникновения повторных вспышек самостоятельного разряда. Одновременно многоатомные молекулы выполняют роль «перехватчиков» фотонов коротковолнового излучения, которые испускаются возбужденными молекулами газа и при попадании на катод могут вызвать фотоэффект, а с ним и новые разряды. Гашение разряда в самогасящихся счетчиках происходит, в конечном счете, за счет диссоциации многоатомных молекул и образования более простых продуктов химического разложения.

После того, как разряд погашен, начинается восстановление потенциала нити, и через время порядка 10^{-4} секунды счетчик готов к регистрации новой частицы. В цепь самогасящегося счетчика нет необходимости включать высокоомное сопротивление, так как гашение разряда происходит за счет внутреннего газового механизма. Обычно сопротивление R выбирается равным 1—2 мгом. Импульс напряжения на нити самогасящегося счетчика имеет простую, одноступенчатую форму. Самогасящиеся счетчики допускают большую скорость счета, поэтому они находят широкое практическое применение.

Срок жизни счетчика. Самогасящиеся счетчики имеют ограниченный срок жизни. В таких счетчиках содер-

жится $\sim 10^{20}$ многоатомных молекул. В каждом разряде в результате диссоциации распадается 10^9 — 10^{10} молекул. Продукты диссоциации, как правило, «выходят из игры», т. е. не принимают участия в гашении разряда. По мере роста числа импульсов истощаются ресурсы гасящих паров, условия гашения ухудшаются, т. е. повышается вероятность попадания фотонов на катод и появления ложных импульсов. У большинства самогасящихся счетчиков срок службы ограничен 10^8 — 10^9 импульсами, после чего эти счетчики становятся негодными к употреблению и требуют перенаполнения.

Принадлежности: 1. Установка типа Б-2. 2. Торцовый счетчик Т-25-БФЛ в свинцовом домике. 3. Подставка-держатель счетчика и образцов. 4. Препараты C^{14} , P^{32} , Co^{60} , U^{238} активностью 0,01—0,05 мккюри; альфа-препарат (Po^{210}) активностью $5 \cdot 10^{-4}$ мккюри. 5. Секундомер. 6. Катодный осциллограф со ждущей разверткой. 7. Таблица произведений на 64.

Упражнение 1

Измерение активности радиоактивных препаратов самогасящимся счетчиком Гейгера-Мюллера

1. Подготовить установку Б-2 к работе согласно последовательности, приведенной в работе № 1.
2. Установить торцовый счетчик Т-25-БФЛ в подставку-держатель, заземлить корпус счетчика.
3. Поместить урановый препарат на 6-ю позицию столика для образцов.
4. Переключатель пересчета поставить в положение «X64». Включить тумблер «Пуск».
5. Медленно вращая ручку регулятора напряжения, определить по вольтметру напряжение начала счета, V_n .
6. Установить напряжение на счетчике $V_p = V_n + 100$ вольт. При этом, учитывая особенности выпрямителя, рекомендуется не доводить стрелку прибора до указанного значения напряжения, остановив вращение ручки при положении стрелки примерно на 50 вольт меньше требуемой величины. Стрелка прибора некоторое время будет продолжать движение вправо, пока не остановится около нужной отметки. Если показания стрелки все же отличаются от требуемого значения, следует легким движением регулятора привести их в соответствие.
7. Привести установку в исходное положение для измерения.

8. Измерить активность (скорость счета) уранового препарата в течение 5 мин. По окончании времени измерения выключают тумблер «Пуск» и списывают показания электро-механического счетчика и неоновых лампочек. Снова приводят установку в исходное положение.

9. Установить препарат C^{14} на 6 позицию. Измерить скорость счета в течение 5 минут.

10. С той же позиции измерить P^{32} в течение 5 минут.

11. С той же позиции измерить Co^{60} в течение 5 минут.

12. Измерить фон счетчика (в отсутствии препарата) в течение 5 минут.

13. Результаты измерений занести в протокол:

Таблица 1

Протокол измерений скорости счета

Дата _____ Тип счетчика _____ № счетчика _____

$V_n =$ _____ $V_p =$ _____ $k = 64$;

Препарат	Время измерен. t	Показани- я (в)	Число импуль- сов n	Скорость счета N имп/мин	Скорость счета без фона $N - N_{\text{ф}}$	Приме- чания
U^{238}	5 мин.	206 (16)	13200	2640	2602	
C^{14}	5 мин.					
P^{32}	5 мин.					
Co^{60}	5 мин.					
Фон	5 мин.	2 (62)	190	38	—	

В целях сокращения записи в третий столбец удобно за-носить показания прибора в виде $a (в)$, где a —отсчет электро-механического нумератора, $в$ —сумма чисел у горящих неоновых лампочек. Записав результаты измерения, переходят к следующим измерениям, в течение которых (если позволяет время) производят расчеты и заполняют остальные столбцы протокола. Такой порядок экономит время экспериментатора. Если все измерения проводятся с одним коэффициентом пере-счета k , то обычно записывают его значение сверху таблицы. Там же указывается тип и номер счетчика, начальное и рабо-чее напряжения и дата опыта. В последнем столбце фикси-руют различного рода нарушения работы аппаратуры во вре-мя измерений или наблюдения, требующие дальнейшего вни-мания (например, одна из неоновых лампочек не загорается; стрелка вольтметра не стоит на месте; резкое увеличение ско-

рости счета во время измерения и т. п.). Для примера в таблице 1 приведены результаты измерений препарата U^{238} и фона. При расчетах удобно пользоваться таблицей произведений на 64.

14. Вывести стрелку вольтметра на нуль. Нажать кнопку «Замыкание высокого напряжения». Выключить тумблер «Сеть». Убрать препараты в плексигласовую коробку.

Упражнение 2

Наблюдение импульсов при различных напряжениях на счетчике при помощи катодного осциллографа

Катодный осциллограф предназначен для наблюдения быстротекущих во времени электрических колебаний. Для наблюдения амплитуды и формы импульсов, возникающих в счетчике при прохождении ионизирующих частиц, катодный осциллограф включается в схему вместо регистрирующего устройства. Для этой цели удобно соединить тонким проводом вход блока БГС-2 через конденсатор с входом катодного осциллографа. Конденсатор должен иметь емкость $\sim 0,1$ мкф и быть рассчитан на напряжение 3000 вольт. Схема включения осциллографа изображена на рис. 10. Помещают β -радиоактивный препарат под окном счетчика Т-25-БФЛ. Подают на счетчик напряжение от высоковольтного выпрямителя. При малых значениях напряжения на счетчике развертка электронного луча видна на экране в виде горизонтальной линии. В этом режиме счетчик работает как ионизационная камера, и импульсы напряжения ионизационного тока настолько малы, что обнаружить их на экране осциллографа невозможно. Увеличивая постепенно напряжение на счетчике, начинают наблюдать появление на экране небольших зубчиков разной величины. Такая картина показывает, что счетчик работает в пропорциональной области. Разные амплитуды импульсов при этом режиме связаны с различным числом пар ионов, создаваемых отдельными частицами. Если поднести к счетчику источник α -излучения, напри-

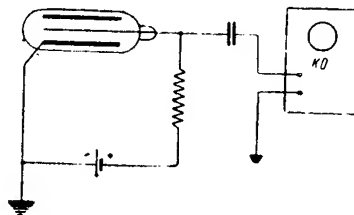


Рис. 10. Схема присоединения счетчика к катодному осциллографу.

мер Po^{210} , то можно заметить, что импульсы от α -частиц имеют большую величину. При дальнейшем увеличении напряжения амплитуды импульсов возрастают. Можно подключить теперь к счетчику вход блока ВСП и одновременно с наблюдением на осциллографе регистрировать импульсы при помо-



Рис. 11. Осциллограф типа 25-И.

ни пересчетного прибора. При некотором значении напряжения пересчетная установка начинает регистрировать импульсы от α -частиц, в то время как β -частицы и γ -кванты не регистрируются. Следовательно, счетчик работает в пропорциональной области или в области ограниченной пропорциональности.

Продолжают повышать напряжение и одновременно наблюдают, что амплитуда импульсов возрастает, а различие в амплитудах отдельных импульсов постепенно исчезает. При напряжении, соответствующем порогу области Гейгера, V_g , все импульсы на экране осциллографа имеют одинаковую амплитуду, а счетная установка регистрирует все типы излучения. С дальнейшим повышением напряжения амплитуда импульсов продолжает возрастать, однако при каждом значении напряжения в области Гейгера все импульсы остаются одинаковыми по величине. Если в осциллографе предусмотрено включение ждущей развертки, которая запускается в начале каждого импульса, то можно наблюдать на экране форму импульса. Для этого включают ждущую развертку и подают на счетчик напряжение, соответствующее области Гейгера. Затем к счетчику подносят радиоактивный препарат и наблюдают характерную форму импульса на экране осциллографа. При этом отчетливо наблюдается крутой спад напряжения на нити (активная стадия разряда) и сравнительно медленное восстановление потенциала нити. Импульс имеет простую, одноступенчатую форму.

Осциллограф типа 25-И, имеющий ждущую развертку электронного луча, изображен на рис. 11.

ЛИТЕРАТУРА

1. В. Векслер, Л. Грошев, Б. Исаев. ГИТТЛ, 1949 г. «Ионизационные методы исследования излучений».
2. С. Корф «Счетчики электронов и ядерных частиц», гл. I и IV, ИЛ, 1947.
3. С. М. Райский и В. Ф. Смирнов. «Физические основы метода радиоактивных индикаторов», ГИТТЛ, 1956.

РАБОТА № 3

СЧЕТНАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА САМОГАСЯЩЕГОСЯ СЧЕТЧИКА. ФОН. ЭТАЛОН

Счетная характеристика. Счетная характеристика выражает зависимость скорости счета (числа импульсов в минуту) N имп/мин от напряжения $V_{сч}$, приложенного к счетчику. На рис. 12 изображен график счетной характеристики счетчика

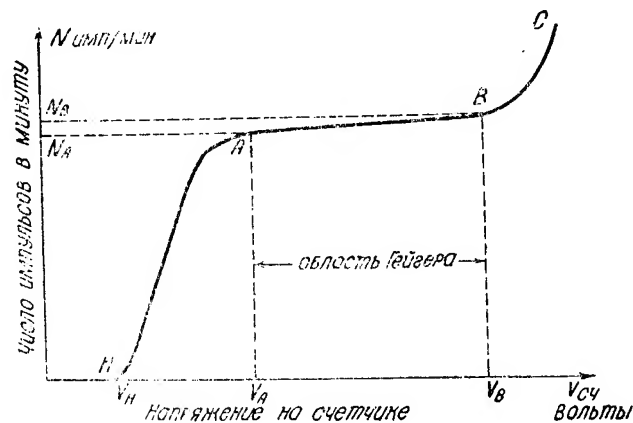


Рис. 12. Счетная характеристика самогасящегося счетчика Гейгера-Мюллера.

Гейгера-Мюллера. По оси абсцисс отложены значения напряжения $V_{сч}$ (разности потенциалов между анодом и катодом), по оси ординат — число импульсов в минуту при неизменном положении источника ионизирующих частиц. Точка V_H определяет начало счета, т. е. минимальное напряжение, которое нужно приложить к счетчику, чтобы установка стала считать

импульсы. Напряжение начала счета (начальный потенциал) зависит от типа счетчика и в то же время является функцией чувствительности регистрирующего устройства. При напряжениях $V_{сч} < V_A$ счетчик работает в пропорциональной области или области ограниченной пропорциональности. При этом импульсы, как известно, имеют различную амплитуду. Регистрирующая радиосхема обладает некоторым порогом чувствительности: например, установка Б-2 регистрирует отрицательные импульсы, амплитуда которых превышает 0,4 вольта. Отсюда ясно, что значение V_n отвечает такому напряжению, при котором амплитуды некоторых импульсов начинают превышать порог чувствительности радиосхемы.

Легко понять, что начальный потенциал должен зависеть и от типа регистрируемого излучения, т. к. импульсы от альфа-частиц и бета-частиц при $V_{сч} < V_A$ имеют разную амплитуду.

С ростом напряжения растет доля импульсов, амплитуда которых достаточна для регистрации. Этому отвечает подъем начального участка счетной характеристики. Напряжение V_A обычно соответствует порогу области Гейгера (V_G на рис. 6), начиная с которого все импульсы имеют одну и ту же величину, превосходящую чувствительность радиосхемы. При напряжениях $V_A < V_{сч} < V_B$ счетчик работает в области Гейгера, и скорость счета почти не зависит от напряжения. Этот участок счетной характеристики называется «плато» счетчика. Плато является рабочей областью напряжений, при которых производятся измерения со счетчиками. Чем длиннее плато счетчика и чем меньше наклон плато, тем лучше счетчик. У идеально работающего счетчика плато совершенно горизонтально, т. е. скорость счета на участке АВ не зависит от напряжения и определяется числом частиц, попадающих в счетчик.

Однако у большинства счетчиков плато характеристики имеет наклон, который обусловлен повышением числа отсчетов с ростом напряжения за счет возникновения ложных импульсов. Ложные импульсы не связаны с попаданием ядерных частиц в счетчик. Происхождение их в основном обусловлено некоторой вероятностью фотоэффекта с катода при высвечивании возбужденных молекул газа. Обычно в самогасящихся счетчиках появляется один свободный фотоэлектрон на 10^{10} положительных ионов, пришедших к катоду. Так как при каждом разряде в счетчике возникает приблизительно 10^9 положительных ионов, то в среднем один двойной импульс будет наблюдаться на каждые 10 простых, один тройной—на

100 простых и т. д. Число ложных импульсов возрастает с увеличением напряжения в области Гейгера, т. к. при этом увеличивается количество ионов, образующихся в разряде. Регистрирующее устройство, благодаря своей высокой разрешающей способности, основной и ложный импульсы считает раздельно. Поэтому с ростом напряжения число отсчетов возрастает, что приводит к некоторому наклону плато счетной характеристики.

Ложные импульсы можно наблюдать на экране катодного осциллографа, присоединив к нему счетчик, работающий в области Гейгера. При этом отчетливо наблюдается увеличение числа кратных импульсов с повышением напряжения. При $V_{сч} > V_B$ резко возрастает число ложных импульсов, повышается скорость счета—счетчик переходит в режим негаснувшего разряда и теряет способность к регистрации частиц.

Основными параметрами счетной характеристики являются длина и наклон плато. У хороших счетчиков длина плато $l = V_B - V_A$ не менее 150—200 вольт, а увеличение скорости счета от начала к концу плато (наклон) составляет всего лишь несколько процентов.

Наклон плато обычно принято выражать относительным приращением числа импульсов, приходящимся в среднем на каждые 100 вольт плато характеристики. Если Δ —наклон плато в %, V_A и V_B —напряжения начала и конца плато в вольтах, N_A и N_B —соответствующие им скорости счета в *имп/мин* (см. рис. 12), то наклон плато определяется по формуле:

$$\Delta = \frac{(N_B - N_A) \cdot 100}{N_A (V_B - V_A)} \cdot 100\% \quad (1)$$

Наклон плато не должен превышать 2—3% на 100 вольт. В противном случае необходимо предъявлять более высокие требования к стабилизации напряжения на счетчике. Кроме этого, счетчик с большим наклоном плато не позволяет измерять абсолютную активность радиоизотопов.

Выбор рабочего напряжения и периодический контроль плато. Счетная характеристика является паспортом не только счетчика данного типа, но и каждого конкретного счетчика. Поэтому, прежде чем приступить к работе со счетчиком, необходимо экспериментально снять счетную характеристику, определить длину и наклон плато и выбрать рабочее напряжение, при котором счетчик в дальнейшем будет работать.

Обычно в качестве рабочей точки на характеристике счетчика выбирают середину плато. Работать на второй половине плато не рекомендуется, так как в случае короткого плато можно «загнать» счетчик в непрерывный разряд и вывести из строя. Кроме этого, при больших перенапряжениях (перенапряжением называют величину $V_{сч} - V_A$) срок службы самогасящегося счетчика сокращается (больше молекул многоатомного газа распадаются в процессе каждого разряда). В случае очень широкого плато ($I \geq 300$ вольт) выбирают рабочее напряжение ближе к началу области Гейгера, примерно на $1/3$ плато. Например, для цилиндрического β -счетчика типа АС-2 получены следующие значения: $V_H = 780$ в.; $V_A = 800$ в.; $V_B = 900$ вольт. В этом случае рабочее напряжение следует выбрать $V_p = 850$ в. Для торцового счетчика Т-25-БФЛ при снятии характеристики могут быть получены такие величины: $V_H = 1250$ в.; $V_A = 1350$ в.; $V_B = 1700$ в.; $I = 350$ в. Здесь удобно выбрать $V_p = 1450$ вольт.

Следует отметить, что протяженность плато зависит в некоторой степени от величины нагрузки на счетчик. При работе с малыми или большими активностями, а также при измерении излучений разных типов (альфа-, бета- или γ -излучения) параметры характеристики могут отличаться между собой. Поэтому рекомендуется снимать счетную характеристику в тех условиях, при которых будут производиться дальнейшие измерения, и выбирать рабочее напряжение с учетом возможных изменений указанных факторов. По мере распада многоатомных молекул счетная характеристика постепенно ухудшается: плато сдвигается в сторону более высоких напряжений; в то же время увеличивается его наклон и сокращается протяженность. Поэтому следует периодически (при больших нагрузках чаще) проверять счетную характеристику и, если нужно, заново устанавливать величину рабочего напряжения. Необходимо еще заметить, что характеристики некоторых счетчиков зависят от температуры, и сравнение результатов отдельных измерений может быть оправданным лишь в том случае, если изменения температуры не превышали допустимых пределов.

Таким образом, периодический контроль плато счетной характеристики имеет решающее значение для получения достоверных результатов измерений. Как указывалось в описании работы № 2, продолжительность жизни (срок жизни) самогасящихся счетчиков измеряется числом импульсов, которое данный счетчик способен зарегистрировать прежде, чем

он придет в негодность в силу каких-либо внутренних причин (главным образом из-за распада многоатомных молекул). Большинство счетчиков имеет срок жизни порядка 10^8 импульсов. Счетчики с газовым наполнением при атмосферном давлении имеют большее время жизни, а у галогенных счетчиков (см. работу № 4) срок жизни практически не ограничен. Об истощении ресурса работы счетчика свидетельствует резкое ухудшение характеристики, сокращение и исчезновение плато, быстрое вхождение счетчика в непрерывный разряд. Такой счетчик необходимо заменить новым.

Фон счетчика. При выполнении работы № 1 мы наблюдали, что даже в отсутствии радиоактивного препарата счетчик даст некоторое число импульсов—фон. В работе № 2 измерялся фон торцевого счетчика Т-25-БФЛ и полученное значение скорости счета фона вычиталось из результатов измерений активности препаратов. Здесь рассмотрим детальнее вопрос о фоне.

Источниками фона являются:

1. Космические лучи, представляющие собой поток чрезвычайно энергичных атомных ядер и ядерных частиц, которые зарождаются в глубинах вселенной. При взаимодействии с атомными ядрами земной атмосферы первичные космические частицы генерируют вторичное излучение, состоящее из нуклонов, гиперонов, мезонов разных типов, электронов и γ -квантов, которые постоянно бомбардируют каждый квадратный сантиметр земной поверхности. Ориентировочно можно считать, что на 1 см^2 поверхности катода счетчика приходится одна космическая частица в минуту. Зная площадь поверхности счетчика, можно оценить вклад космического излучения в общую величину фона счетчика. Поскольку интенсивность космического излучения подвержена суточным и другим вариациям, фон счетчика также не остается постоянным.

2. Радиоактивные загрязнения поверхности счетчика и подставки, в которой он крепится, загрязнения помещения и предметов, окружающих счетчик, наличие посторонних источников проникающего излучения или действующих рентгеновских установок, радиоактивность окружающего воздуха.

Наличие указанных причин зависит в основном от разумной организации проведения работ с радиоизотопами и от аккуратности самого экспериментатора. В большинстве случаев действие этих источников фона можно свести к минимуму или обеспечить относительное постоянство их вклада в суммарный фон счетчика.

3. Так называемый «собственный фон счетчика», который обусловлен присутствием микроколичеств естественно-радиоактивных элементов в стекле, металле, слюде и других материалах, из которых изготовлен счетчик. В собственный фон счетчика включаются также самопроизвольные разряды, возникающие в силу ряда внутренних причин и, конечно, ложные импульсы, число которых возрастает по мере распада многоатомных молекул газа.

Общий фон счетчика стремятся по возможности уменьшить. Для этого счетчик и измеряемый образец помещают в специальный свинцовый домик с толщиной стенок около 5 см свинца. Такие домики ослабляют космический фон в 2–3 раза и, как правило, полностью поглощают внешнее излучение, обусловленное радиоактивными загрязнениями окружающих предметов или наличием посторонних источников.

На рис. 13 изображен вертикальный свинцовый домик, в котором помещен торцовый счетчик.

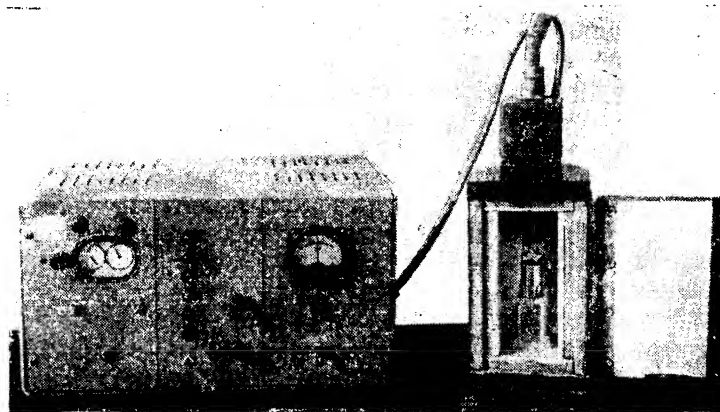


Рис. 13. Установка Б-2 с вертикальным свинцовым домиком (толщина стенок 5 см Рв), в котором помещается торцовый счетчик Т-25-БФЛ.

Величина фона может служить для проверки правильности работы счетчика. Если наблюдается значительное повышение фона, то это свидетельствует о том, что счетчик выходит из строя. Это, конечно, справедливо при исключении других возможных источников повышения фона (радиоактивные

загрязнения счетчика или подставки и др.). В свинцовых домиках уровень фона менее подвержен вариациям, чем в случае открытого счетчика. Например, торцовый счетчик Т-25-БФЛ, помещенный в вертикальный свинцовый домик, имеет фон менее 25—30 импульсов в минуту. Однако, несмотря на это, необходимо систематически определять фон счетчика. Измерение фона производится при тех же геометрических условиях, что и измерение образцов. Величину фона $N_{\text{ф}}$ всегда нужно вычитать из измеренной величины скорости счета N .

На протяжении всех практических занятий в данном практикуме по радиометрии рекомендуется измерять фон каждый раз перед началом работы и в течение работы перед каждой новой серией измерений. По окончании измерений желательно снова проверить фон. Результаты систематических измерений фона следует заносить в отдельный протокол (см. ниже, упражнение 3).

Воспроизводимость результатов измерения активности. Эталоны. В силу ряда причин скорость счета от источника постоянной активности может несколько изменяться в ту или другую сторону. Такими причинами могут служить: смещение плато и изменение наклона плато при «старении» счетчика; нарушение герметичности счетчика, приводящее к повышению рабочего напряжения и ухудшению характеристики; незаметное изменение взаимного расположения счетчика и образца; нарушение стабильности работы аппаратуры; изменение собственной эффективности счетчика (см. работу № 4) и т. д. Поэтому при сравнении результатов измерений, сделанных в разное время, необходимо систематически проверять воспроизводимость показаний счетной установки и вводить соответствующую поправку. Для проверки воспроизводимости удобно пользоваться эталоном со скоростью счета 2000—3000 имп/мин при данных геометрических условиях. В качестве эталона обычно выбирают долгоживущий изотоп, испускающий излучение, по типу и энергии наиболее сходное с излучением исследуемых образцов. Например, при работе с радиоактивным фосфором— P^{32} можно воспользоваться эталоном, приготовленным из Sr^{90} , испускающим жесткое β -излучение и имеющим период полураспада около 28 лет. Эталоны могут служить также урановые препараты, препараты C^{14} , Co^{60} и др.

В данном практикуме мы будем пользоваться урановым эталоном, который следует помещать в строго определенной

позиции по отношению к счетчику (3-я позиция столика для образцов). Измерения эталона следует производить в течение 5 минут при кратности пересчета $k=64$. Систематические измерения эталона фиксируются в специальном протоколе (см. упражнение 3). Если результаты отдельных измерений эталона выходят за пределы статистического разброса (см. ниже), то это расхождение должно учитываться введением соответствующей поправки в получаемые результаты.

Предварительные сведения о статистических ошибках измерений. В дальнейшем будет показано (см. работу № 7), что если за время t (мин.) сосчитано n импульсов при измерении активности радиоактивного препарата, а скорость счета при этом составляет $N = \frac{n}{t}$ имп/мин, то статистическая ошибка

отдельного измерения скорости счета (стандартное отклонение) определяется величиной $D_N = \sqrt{\frac{N}{t}}$.

Аналогично, если число импульсов фона n_{ϕ} зарегистрировано за время t_{ϕ} (мин.), то скорость счета фона $N_{\phi} = \frac{n_{\phi}}{t_{\phi}}$ имп/мин, а статистическая ошибка отдельного измерения фона составляет $D_{\phi} = \sqrt{\frac{N_{\phi}}{t_{\phi}}}$. Истинная скорость счета, являющаяся мерой активности «чистого» препарата (без фона), $N_{пр} = N - N_{\phi}$.

Статистическая ошибка в данном случае определяется выражением:

$$D_{пр} = \sqrt{D_N^2 + D_{\phi}^2} = \sqrt{\frac{N}{t} + \frac{N_{\phi}}{t_{\phi}}} \quad \dots \dots \dots (2)$$

Принадлежности: 1. Установка типа Б-2. 2. Счетчики 1) Т-25-БФЛ, 2) АС-2, МС-4 или СТС-6. 3. Подставка-держатель торцового счетчика и образцов. 4. Держатель цилиндрических счетчиков с блоком БГС-2. 5. Радиоактивные препараты ^{90}Sr , ^{238}U , ^{60}Co . 6. Миллиметровая бумага, линейка. 7. Таблица произведений на 64.

Упражнение 1

Снятие счетной характеристики самогасящегося счетчика Гейгера-Мюллера

В настоящей работе следует снять счетные характеристики двух счетчиков: торцового счетчика Т-25-БФЛ и одного из цилиндрических АС-2, СТС-6 или МС-4.

Включают установку типа Б-2, руководствуясь описанием, приведенным в работе № 1, и дают ей прогреться в течение 10 минут. Кратность пересчета устанавливается в положение «64». Подсоединяют счетчик к установке. Торцовый счетчик Т-25-БФЛ вставляется в плексигласовый столик-держатель, смонтированный в свинцовом домике. Цилиндрические счетчики вставляются в дополнительный стандартный держатель, соединенный с блоком БГС, который необходимо подключить при помощи экранированных кабелей к соответствующим разъемам на задней панели установки блока ВСН. Блок БГС-2 с держателем цилиндрических счетчиков изображен на рис. 14.

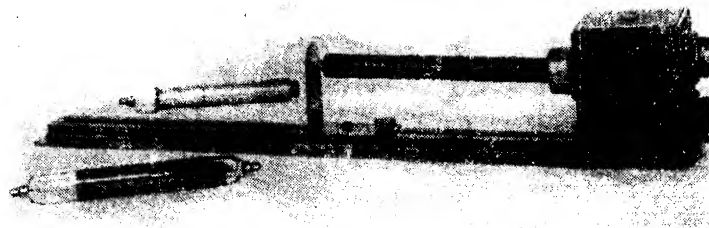


Рис. 14. Блок БГС-2 с держателем цилиндрических счетчиков. В держателе укреплен счетчик СТС-6; рядом лежат алюминиевый счетчик АС-2 и стеклянный МС-4.

При снятии характеристики β -счетчиков Т-25-БФЛ, АС-2 и СТС-6 пользуются препаратом Sr^{90} , причем в случае торцового счетчика препарат помещают на 6-ю позицию плексигласового столика, а в случае цилиндрических счетчиков — кладут непосредственно на алюминиевую подставку держателя под серединой счетчика. При работе с γ -счетчиком МС-4

измерения проводят с препаратом Co^{60} активностью порядка 5 мккюри. Работа с каждым счетчиком проводится поочередно.

После установки счетчика и радиоактивного препарата включают тумблер «Пуск». Медленно вращая по часовой стрелке регулятор напряжения, постепенно поднимают напряжение на счетчике до тех пор, пока неоновые лампочки не замигают. Зафиксированное таким образом напряжение начала счета V_n обычно выше истинного, так как напряжение в приборе растет медленнее, чем показания вольтметра. Поэтому необходимо снизить напряжение на 100—150 вольт, выждать 2—3 минуты и опять повышать напряжение пока не начнется счет в приборе. Точно определив начальное напряжение V_n , записывают его значение в таблицу.

Выждав 1—2 минуты, в течение которых нужно выключить тумблер «Пуск», сбросить показания неоновых лампочек и установить нули на механическом счетчике и секундомере, приступают к измерениям числа импульсов при $V_{сч} = V_n$. Измерения проводят в течение 3-х минут.

Повышая напряжение на 50 вольт (при этом рекомендуется не доводить стрелку прибора до нужной отметки, так как она сама продолжит движение вправо) и снова выждав 1—2 минуты, производят следующее измерение. Так поступают до тех пор, пока число импульсов не начнет резко возрастать. Во избежание порчи счетчика дальнейшие измерения следует прекратить и сразу уменьшить напряжение.

Для ориентировки укажем, что начальное напряжение счетчика Т-25-БФЛ превышает 1000 вольт. Что же касается галогенного счетчика СТС-6, то он отличается очень низким начальным напряжением, порядка 300 вольт. Поэтому при работе со счетчиком СТС-6 необходимо крайне осторожно повышать напряжение в начале шкалы вольтметра. Кроме того, для счетчика СТС-6 рекомендуется снимать показания через каждые 25 вольт. Последнее относится и к счетчику АС-2.

Результаты измерения заносятся в таблицу 1.

На основании полученных данных нужно построить графики счетной характеристики для каждого счетчика. По графикам определяют длину плато l и наклон Δ в % на 100 вольт (см. формулу 1).

При построении графика следует учитывать величину ошибки D_N , так как в силу статистической природы радиоактивного распада экспериментальные точки могут быть заметно разбросаны вокруг истинных значений скоростей счета. На

Таблица 1

Дата _____ Установка Б-2 № _____

Счетчик типа _____ № _____

Препарат _____ к - 64;

 $V_{н.р.}$

вольт

 V_p

вольт

№ измерения	Напряжение на счетчике $V_{сч}$ вольт	Время измерения t , мин.	Показания a (в)	Число импульсов за t мин., n имп	Скорость счета $N = \frac{n}{t}$ имп/мин	Статистический разброс $D_N = \sqrt{\frac{N}{t}}$	Примечание
1		3					
2		3					
3		3					
4		3					
5		3					
6		3					
7		3					
8		3					
9		3					
10		3					
и т. д.		и т. д.					

чину соответствующей статистической ошибки. Выбирают оптимальное рабочее напряжение для каждого счетчика, руководствуясь соображениями, приведенными в описании работы. Значение V_p записывают сверху таблицы и устанавливают по шкале вольтметра.

Упражнение 2

Определение фона

После установления рабочего напряжения V_p убирают радиоактивный препарат из-под счетчика и производят измерение фона в течение 5 минут. Определяют среднюю скорость счета $N = \frac{n_{\phi}}{t_{\phi}}$ и величину статистического разброса

$D_{\phi} = \sqrt{\frac{N_{\phi}}{t_{\phi}}}$ Аналогичные измерения провести для другого счетчика.

Упражнение 3

Систематические измерения эталона

Измерения эталона проводятся со счетчиком Т-25-БФЛ. Устанавливают рабочее напряжение V_p . Урановый препарат, служащий эталоном, помещают на 3-ю стандартную позицию под счетчиком. Измеряют число импульсов эталона в течение 5 минут и затем вычисляют скорость счета. В результаты нужно внести поправку на фон и вычислить величину статистической ошибки измерения по формуле $D_{\text{эт}} = \pm \sqrt{\frac{N}{t} + \frac{N_{\text{ф}}}{t_{\text{ф}}}}$.

Каждый практикант на отдельном листе заготавливает следующую таблицу, которую он должен заполнять в течение всех последующих практических занятий перед каждой очередной работой.

Таблица 2

Протокол воспроизводимости регистрации излучения

Установка Б-2 № _____ Счетчик Т-25-БФЛ № _____

Толщина окна счетчика _____ мг/см² (указана на счетчике).

$V_H =$ _____ вольт. $V_p =$ _____ вольт. $I =$ _____ вольт.

Эталон U238 Позиция № 3 $K = 64$;

Дата	Время астрономическое	Источник излучения	Время измерения t , мин.	Число импульсов за t мин., n или t мин.	Скорость счета N или n /мин	Скорость счета чистого эталона. $N_{\text{эт}} = N - N_{\text{ф}}$	Ошибка измерения $D_{\text{эт}} = \pm \sqrt{\frac{N}{t} + \frac{N_{\text{ф}}}{t_{\text{ф}}}}$
		1. Фон	5				
		2. Эталон	5				
		1. Фон	5				
		2. Эталон	5				

Результаты измерения фона и эталона, полученные в упражнениях 2 и 3 настоящей работы, записываются в 1-ю строку протокола.

По окончании работы выключают установку, не изменяя положения регулятора высокого напряжения. Радиоактивные препараты Sr^{90} и Co^{60} сдают лаборанту.

ЛИТЕРАТУРА

1. Векслер В., Грошев Л., Исаев Б.--Ионизационные методы исследования излучений, Гостехиздат, 1949.
2. Метод меченых атомов в биологии. Под редакцией проф. А. М. Кузина, Издательство Московского университета, 1955.
3. Бочкарев В., Кеirim-Маркус И. и др. Измерение активности источников и бета- и гамма-излучений. Изд. АН СССР, 1953.

РАБОТА № 4

ИЗУЧЕНИЕ СЧЕТЧИКОВ РАЗНЫХ ТИПОВ

Классификация счетчиков. Счетчики ядерных излучений разделяются: по режиму работы—на пропорциональные счетчики и счетчики Гейгера-Мюллера; по механизму разряда—на самогасящиеся и несамогасящиеся; по назначению—на счетчики мягкого бета-излучения, жесткого бета-излучения, альфа-излучения, γ -излучения, нейтронов, атомных ядер, космических лучей; по конструкции—на цилиндрические, торцовые и специального типа (счетчики—зонды, счетчики с «рубашкой» для измерения жидкостей, проточные счетчики, счетчики с геометрией 2π , 4π и др.); по наполнению—на счетчики с благородными газами, водородосодержащими газами, трехфтористым бором, галогенные и счетчики, наполняемые газами, содержащими исследуемую радиоактивность.

Счетчики α -, β - и γ -излучений. В биологических и сельскохозяйственных исследованиях с применением изотопов чаще всего имеют дело с β - и γ -излучениями, реже— α -излучением и нейтронами.

В соответствии с природой и энергией ядерных излучений видоизменяется конструкция счетчиков частиц.

Счетчик β -излучения (быстрых электронов) должен иметь тонкие стенки во избежание значительного поглощения β -частиц. Для измерения жесткого β -излучения (с максимальной энергией β -спектра от 0,5 мэв и выше) применяются цилиндрические счетчики, стенки которых изготавливаются из алюминия толщиной 0,1—0,15 мм. На таких счетчиках можно работать с изотопами P^{32} , Sr^{90} , Tl^{204} и др. Однако β -излучение Ca^{45} ($E_{\text{макс}}=0,256$ мэв) практически уже не регистрируется этими счетчиками ввиду поглощения β -частиц в стенках.

Для регистрации мягкого β -излучения, например, радиоизотопов C^{14} ($E_{\text{макс}}=0,155$ мэв), S^{35} ($E_{\text{макс}}=0,167$ мэв), Ca^{45} и др. наиболее удобными являются торцовые счетчики, назван-

ные так в связи с тем, что один торец у них закрывается тонким слюдяным окошком, через которое проникают в счетчик β -частицы. В радиометрии обычно принято выражать толщину поглощающего вещества не в линейных единицах, а в единицах поверхностной плотности (г/см^2 , мг/см^2). Это связано с особенностями поглощения ядерных излучений (см. работу № 9). В торцовых счетчиках обычно применяется слюда толщиной 10—20 микрон, что соответствует поверхностной плотности примерно 2,5—5 мг/см^2 . В счетчиках с газовым наполнением при атмосферном давлении (например, в счетчиках типа Т-25-БФЛ) удается применить более тонкую слюду, от 1 до 2 мг/см^2 . Такое тонкое окошко пропускает около 75% β -частиц радиуглерода. Торцовые счетчики с тонкой слюдой позволяют также регистрировать α -излучение и, конечно, с успехом могут применяться для жесткого β -излучения. Конструктивно торцовые счетчики выполняются в виде металлического (обычно из нержавеющей стали) цилиндра, внутренняя поверхность которого никелируется для уменьшения фотоэффекта с катода. Центральный электрод—вольфрамовая нить толщиной 0,1—0,15 мм укрепляется в стеклянной головке, которая вставляется в верхнюю часть цилиндра и герметизируется при помощи специального клея. К выводу нити припаивается высоковольтный колпачок, а нижний конец нити в счетчике оканчивается стеклянной бусинкой. Длина и диаметр цилиндрических и торцовых счетчиков варьируют в широких пределах, от нескольких миллиметров до нескольких сантиметров. В зависимости от расстояния между нитью и катодом, а также от состава наполняющей счетчик газовой смеси изменяется и величина напряжения, необходимого для работы счетчика в области Гейгера. Счетчики, работающие с аргоново-спиртовым наполнением при давлении ~ 100 мм Нг требуют напряжений порядка 800—1100 вольт (счетчики типа АС-1, АС-2, СБС-1, серии МС, ВС).

Счетчики, наполненные гелием и парами спирта и эфира, при атмосферном давлении, требуют рабочего напряжения около 1300—1500 вольт (Т-25-БФЛ).

Отдельно стоят так называемые г а л о г е н н ы е счетчики. Оказывается, что добавка к аргону или неону незначительных количеств (0,1%) таких двухатомных газов, как Cl_2 или Br_2 , не только снижает рабочее напряжение счетчика, но одновременно изменяет характер разряда в счетчике, делая импульс одноступенчатым. Рабочее напряжение для галогенных счетчиков составляет около 400 вольт. Низкое рабочее напряже-

ние делает эти счетчики очень удобными для измерений в нестационарных, полевых условиях, ибо в качестве источника питания, для счетчиков можно воспользоваться батареей. Однотупенчатый характер разряда в галогенных счетчиках не связан с распадом молекул примеси—поэтому срок службы этих счетчиков неограничен. Однако галогенные счетчики имеют существенный недостаток: короткое плато счетной характеристики с большим наклоном (см. работу № 3). В настоящее время отечественной промышленностью выпускается несколько типов цилиндрических и торцовых галогенных счетчиков (СТС-1, СТС-5, СТС-6, СБТ-7, САТ-7 и др.).

Всякий β -счетчик регистрирует также и γ -лучи. Однако более эффективными в случае γ -лучей являются счетчики с толстыми стенками. Известно, что γ -излучение непосредственно не производит ионизации. Возможность регистрации счетчиками γ -излучения обусловлена тем, что γ -кванты, поглощаясь в веществе катода счетчика и (значительно меньше) в газе, выбивают вторичные электроны в результате 3-х возможных

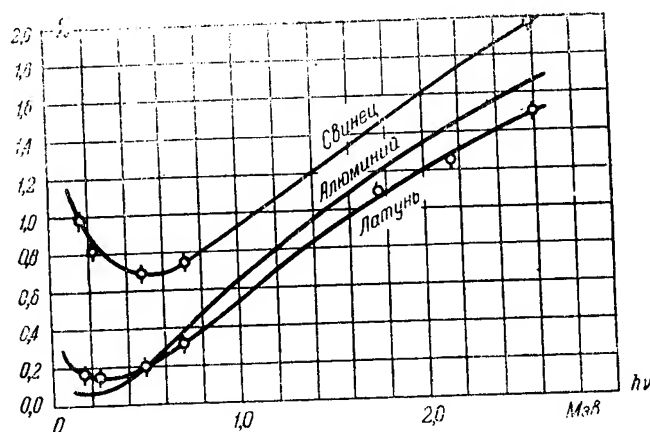


Рис. 15. Зависимость эффективности ($\epsilon\%$) γ -счетчиков от энергии γ -излучения ($h\nu$ в МэВ) и материала катода оптимальной толщины.

механизмов: фотоэффекта, комптон-эффекта и образования пар (электрон и позитрон). Генерированные γ -квантами вторичные электроны, попадая в чувствительный объем счетчика, вызывают разряд. Эффективностью счетчика по отношению к

γ -лучам называется отношение числа разрядов, вызванных в счетчике, к числу γ -квантов, прошедших за то же время через поверхность катода счетчика. В силу того, что γ -кванты слабо поглощаются в веществе, счетчик будет регистрировать лишь небольшое число прошедших через него квантов. Другими словами, эффективность счетчиков к γ -лучам очень мала. Для повышения эффективности к γ -излучению стенки счетчиков делаются более толстыми—это увеличивает выход вторичных электронов внутрь счетчика. Однако толщина катода ограничивается длиной максимального пробега вторичных электронов в данном веществе. Если толщина стенок превосходит

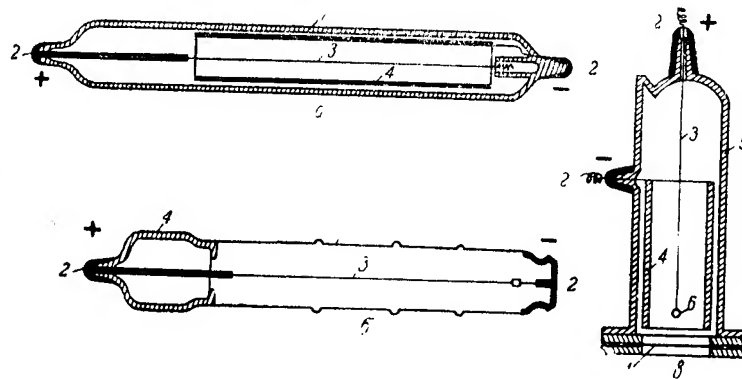


Рис. 16. Конструкции счетчиков Гейгера-Мюллера: а—цилиндрический со стеклянными стенками: 1—стеклянный баллон, 2—колпачки (выводы) для включения в цепь, 3—анод (вольфрамовая нить), 4—катод (металлический цилиндр); б—цилиндрический с алюминиевыми стенками: 1—алюминиевый баллон (катод) толщиной 0,15 мм, 2—выводы (колпачки), 3—анод, 4—изолирующая стеклянная головка; в—торцовый счетчик: 1—тонкая слюдяная мембрана, 2—колпачки (выводы), 3—нить (анод), 4—металлический цилиндр (катод), 5—стеклянный баллон, 6—стеклянная бусинка.

эту величину, начинает играть роль поглощение вторичных электронов в стенках счетчика, что приводит к уменьшению эффективности. Эффективность регистрации γ -лучей повышается с увеличением атомного номера Z вещества катода счетчика и зависит от энергии γ -излучения. Эта зависимость изображена на рис. 15. Оптимальная толщина катода определяется с учетом этих факторов. Промышленные счетчики гамма-излучения, как правило, цилиндрические и имеют стеклянные стенки. Внутренняя поверхность стекла покрывается про-

водящим слоем графита, меди или вольфрама (серии ГС, МС и ВС). Эффективность обычных счетчиков к γ -лучам с энергией порядка 1 мэв не превышает 1%.

Рис. 16 поясняет конструкции цилиндрических и торцового счетчиков. На рис. 17, 18 и 19 приведены фотографии счетчиков разных типов.

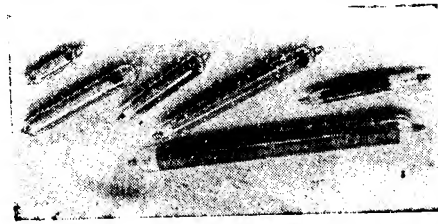


Рис. 17. Счетчики гамма-излучения. Слева направо: стеклянные аргоноспиртовые счетчики с медным катодом МС-9, МС-7, МС-6, МС-4, галогенные счетчики СТС-8, СТС-1.

Счетчики Гейгера-Мюллера чаще всего применяются для регистрации β - и γ -излучений. С помощью пропорциональных счетчиков удобно регистрировать α -частицы на фоне β - и γ -излучений, поскольку ионизация от одной α -частицы во много

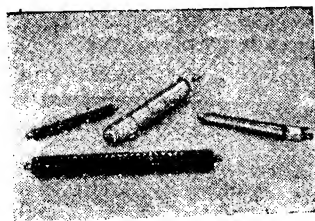


Рис. 18. Счетчики жесткого бета-излучения.

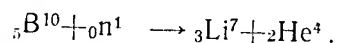
Внизу: галогенный счетчик с катодом из нержавеющей стали СТС-6; сверху: галогенный счетчик СТС-5, алюминиевые счетчики с аргоно-спиртовым наполнением АС-2, АС-1.*

раз больше, чем ионизация от быстрого электрона. Для регистрации α -излучения применяются торцовые счетчики с тонкой слюдой (САТ-3, САТ-4, САТ-5, САТ-7); некоторые из них имеют галогенное наполнение. Счетчики типа Т-25-БФЛ в комплекте с установкой Б или Б-2 могут работать и в пропорциональном режиме. Для этого напряжение на счетчике устанавливается примерно на 100

* Счетчики типа АС-1 и АС-2 в настоящее время сняты с производства (Примеч. автора).

вольт ниже напряжения начала счета в области Гейгера. В этом случае счетчик регистрирует α -частицы и не реагирует на β - и γ -излучение (см. работу № 2, упр. 2).

Для регистрации медленных нейтронов также используются пропорциональные счетчики. Поскольку нейтроны не являются ионизирующими частицами, их регистрация ведется по заряженным частицам, возникающим в результате ядерной реакции



Бор вводится в такие счетчики в виде газа трехфтористого бора или в виде твердого покрытия катода.

Счетчики специальных типов: проточные, с геометрией 2π , 4π и др. рассматриваются ниже, в соответствующих работах настоящего практикума.

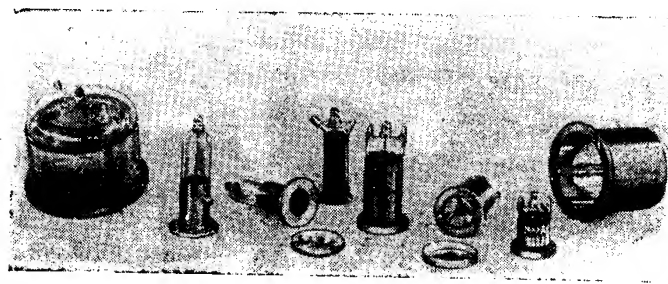


Рис. 19. Счетчики мягкого бета-излучения. Торцовые счетчики: 1—Т-80-БФЛ; 2 и 3—МСТ-18; 4—галогенный СБТ-7; 5 и 6—Т-25-БФЛ; 7—Т-20-БФЛ; 8—Т-60-БФЛ. Счетчики Т-БФЛ, наполненные смесью гелия, этилового спирта и диэтилового эфира при атмосферном давлении, разработаны и выпускаются в ТСХА*.

Эффективность счетчиков. Эффективностью счетчика называется вероятность регистрации пронизывающего счетчик излучения.

Под эффективностью счетчика к β -частицам (и другим заряженным частицам) следует понимать отношение числа частиц, вызвавших разряд, к числу частиц, попавших за то же время в рабочий объем счетчика. Как уже указывалось, эффективностью счетчика к γ -лучам называется отношение числа разрядов, вызванных в счетчике, к числу квантов, прошедших за то же время через поверх-

* Авторами конструкции счетчиков Т-БФЛ являются С. П. Целищев, А. О. Фурман, В. В. Саевнич, В. Г. Педяш и А. Н. Смирнов.

ность катода счетчика. Обычный счетчик регистрирует практически все электроны (и подавно, более тяжелые заряженные частицы), попадающие в его междуэлектродное пространство. Чем больше давление газа внутри счетчика, тем более вероятность регистрации приближается к 100%. Для получения эффективности в 99% в счетчиках, наполненных аргоном, необходимо обеспечить давление в 120 мм рт. ст. Самогасящиеся счетчики, как правило, имеют 100% эффективности к β -частицам. Иногда в счетчиках Гейгера эффективность к β -излучению может несколько превышать 100% за счет ложных импульсов (см. работу 3). Эффективность счетчика может изменяться со временем и температурой. Эффективность γ -счетчиков в сотни и даже тысячи раз меньше эффективности β -счетчиков. Для большинства γ -счетчиков это величина порядка 0,1—1% (см. рис. 15). Причины этого были рассмотрены выше. Напомним, что даже для данного счетчика эффективность регистрации γ -квантов не остается постоянной, а зависит от энергии γ -излучения.

В отличие от эффективности счетчика вводится понятие эффективности счета. Под эффективностью счета любого радиоактивного излучения подразумевается отношение числа зарегистрированных импульсов к полному числу частиц (или квантов), испускаемых за это же время радиоактивным образцом. Эффективность счета определяется свойствами излучения, геометрическими условиями опыта, выбором счетчика и регистрирующей установки и другими факторами. Если радиоактивный образец расположен далеко от счетчика, то в счетчик будет попадать лишь небольшая доля излучения, испускаемого образцом. Если радиоизотоп испускает β -излучение малой энергии, то значительная часть β -частиц будет поглощена в самом образце, слое воздуха между образцом и счетчиком и, наконец, в стенках самого счетчика. Наличие подложки под образцом также влияет на условия регистрации β -частиц (обратное рассеяние), и этот эффект зависит от энергии частиц, толщины и атомного номера подложки. При большой скорости счета (большой интенсивности излучения) не все частицы, попадающие в счетчик, успевают регистрироваться счетной установкой. Это связано с так называемым разрешающим временем счетчика («мертвое время») и регистрирующей схемой. Установка «просчитывает» некоторую часть частиц. Наконец, эффективность счета включает в себя также и эффективность счетчика, о которой упоминалось выше. Это особенно проявляется при регистрации γ -излучения.

В дальнейшем мы остановимся подробно на изучении различных факторов, влияющих на результаты измерений, поскольку эти вопросы являются центральными для всей радиометрии.

Принадлежности. 1. Установка типа Б-2. 2. Счетчики Т-25-БФЛ, МС-4 (МС-6), АС-2 (СТС-6). 3. Держатель цилиндрических счетчиков с усилительной головкой «БГС». 4. Эталон U^{238} . Радиоактивные препараты C^{14} , P^{32} (Sr^{90}), Co^{60} .

Упражнение 1

Определение относительной эффективности разных счетчиков к различным типам излучения

Под термином «относительная эффективность» здесь понимается та или иная способность разных счетчиков регистрировать различные излучения. Другими словами, речь идет о наиболее рациональном выборе счетчика применительно к излучению определенного типа и энергии.

После включения установки необходимо ее прогреть в течение 10 минут. Установив на счетчике Т-25-БФЛ рабочее напряжение V_p , найденное в работе № 3, приступают к измерениям эталона и фона. Измерения проводятся в течение 5 минут и результаты фиксируются в протоколе воспроизводимости (см. работу № 3).

Затем переходят к измерениям активности препаратов C^{14} , P^{32} (Sr^{90}) и Co^{60} . Каждый препарат устанавливается на 6 полку столика и измеряется в течение 5 минут. Из результатов измерения скорости счета следует вычесть фон. После работы с торцовым счетчиком переходят к цилиндрическим счетчикам, которые устанавливают в соответствующий держатель (как в работе № 3). На счетчик подают рабочее напряжение, а если оно неизвестно, определяют начало счета и работают при напряжении $V_p = V_n + 50$ вольт. Препараты помещают на расстоянии, приблизительно совпадающем с расстоянием в случае торцового счетчика. Для этого можно пользоваться подставками.

Измерения активности препаратов C^{14} , P^{32} (Sr^{90}), Co^{60} и фона в случае цилиндрических счетчиков также проводятся в течение 5 минут. Таким образом требуется измерить 3 препарата на каждом из трех типов счетчиков. Результаты измерений записываются в таблицу 1.

Из результатов измерений скорости счета следует вычесть соответствующие значения фона. Полученные данные ($N---$

55

N_{ϕ}) для торцового счетчика Т-25-БФЛ принимают за единицу (1,00). Значения, найденные для других счетчиков, относят к соответствующим результатам, полученным при помощи счетчика Т-25-БФЛ, и определяют относительную эффективность, которую заносят в таблицу 1 в клетки, отмеченные знаком «X».

На основании данных таблицы 1 судят о наиболее рациональном выборе счетчика для каждого типа излучения.

Упражнение 2

Каждый практикант знакомится с имеющимися в лаборатории счетчиками α -, β - и γ -излучений и изучает их конструкцию.

ЛИТЕРАТУРА

1. С. Корф «Счетчики электронов и ядерных частиц». ИЛ, 1947.
 2. А. Б. Дмитриев «Газоразрядные счетчики ионизирующих частиц. Журнал «Приборы и техника эксперимента» № 2, 1957, изд. АН СССР.
-

РАБОТА № 5

ОПРЕДЕЛЕНИЕ «МЕРТВОГО» ВРЕМЕНИ СЧЕТЧИКА. УЧЕТ ПОПРАВКИ НА МЕРТВОЕ ВРЕМЯ

Разрешающее время счетной установки. Процессы регистрации частицы и возвращения аппаратуры в исходное состояние занимают конечное время, в продолжение которого установка неспособна к счету других частиц.

Минимальный интервал времени между двумя последовательными импульсами, при котором они сосчитываются раздельно, называется разрешающим временем.

Наличие у счетной установки конечного разрешающего времени приводит к тому, что при большой скорости счета некоторое количество частиц не будет зарегистрировано. С этим обстоятельством необходимо считаться и уметь правильно вводить поправку на «просчеты» при обработке результатов измерений.

В установках для регистрации радиоактивного излучения инерцией обладают следующие элементы: счетчик, пересчетный прибор и электромеханический нумератор.

Условимся в дальнейшем термин «разрешающее время» относить к счетной установке в целом, а составляющие ее элементы характеризовать термином «мертвое время».

Таким образом, разрешающее время установки τ включает в себя мертвое время счетчика $\tau_{сч}$, мертвое время пересчетной схемы $\tau_{пс}$ и мертвое время электромеханического счетчика (реле) $\tau_{р}$

$$\tau = \tau_{сч} + \tau_{пс} + \tau_{р}$$

Чем меньше разрешающее время всей установки, тем больше ее пропускная способность, или «разрешающая способность», характеризуемая максимальным числом частиц, регистрируемых без просчетов в единицу времени.

Мертвое время самогасящегося счетчика приблизительно равно $2-5 \cdot 10^{-4}$ сек. Пересчетная схема позволяет регистри-

ровать поступающие на ее вход импульсы, разделенные интервалом $5 \cdot 10^{-5}$ сек. (для установок типа Б и Б-2). Мертвое время электромеханического счетчика равно $1 \cdot 10^{-2}$ сек., то есть механический нумератор способен пропустить лишь 100 импульсов в секунду. Однако это справедливо только при условии равномерного поступления импульсов. В противном случае его разрешающая способность уменьшается.

Если установка работает без пересчета ($k=1$), то основная потеря в счете частиц происходит вследствие инерции механического нумератора (наибольшее мертвое время). При пересчете на 64 ($k=64$) частота поступления импульсов на механический счетчик резко падает, и, кроме этого, они поступают более равномерно. В этом случае блок ВСП (пересчетный прибор и электромеханический счетчик) позволяет регистрировать практически без просчетов до 6400 импульсов в секунду (64×100), поступающих от счетчика Гейгера-Мюллера на вход пересчетного устройства.

При использовании максимального пересчета разрешающая способность всей установки будет уже целиком определяться мертвым временем счетчика Гейгера-Мюллера.

Для того чтобы вычислить поправку на просчеты и внести ее в результаты измерений, необходимо опытным путем определить мертвое время данного счетчика, зависящее в свою очередь от ряда причин.

Мертвое время самогасящегося счетчика Гейгера-Мюллера. Мертвым временем счетчика $\tau_{сч}$ называется время полной нечувствительности после регистрации отсчета, в течение которого счетчик не может реагировать на новые акты ионизации, происходящие внутри его объема.

Другими словами, под $\tau_{сч}$ понимается то время, в течение которого в счетчике вообще невозможна вспышка самостоятельного разряда.

Напомним, что после окончания активной стадии разряда в счетчике напряженность электрического поля около нити падает до минимального значения, при котором невозможно образование новой лавины электронов. Это связано с экранирующим действием положительного пространственного заряда. По мере его удаления от нити к катоду напряженность поля постепенно возрастает, и, как только положительные ионы отойдут на достаточное расстояние от нити, в счетчике может вспыхнуть новый разряд.

Таким образом, мертвое время определяется временем прохождения положительного пространственного заряда от

нити до некоторого «критического» расстояния $r_{кр}$, при котором напряженность электрического поля у нити достигнет величины, необходимой для вспышки самостоятельного разряда.

Если в момент времени, соответствующий приходу ионов на критическое расстояние, в счетчик попадет новая частица, она будет сосчитана, хотя амплитуда возникающего при этом импульса напряжения будет значительно меньше полной величины. В течение дальнейшего времени продвижения положительных ионов от $r_{кр}$ до цилиндра напряженность поля у нити продолжает возрастать; одновременно восстанавливается потенциал нити и растет амплитуда импульса, который возникает на нити, если в это время в счетчик попадает частица.

Интервал времени между началом регистрации импульса и тем моментом, когда импульс, вызываемый последующим ионизующим событием в счетчике, достигнет полной величины, называется временем восстановления. Время восстановления равно времени движения положительных зарядов от $r_{кр}$ до катода.

На рис. 20 показано, как изменяется величина импульса в зависимости от момента его появления после предыдущего импульса.

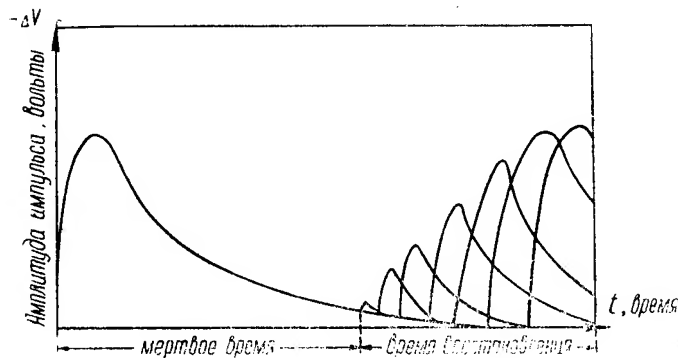


Рис. 20. Мертвое время и время восстановления.

Легко понять, что мертвое время зависит от напряженности поля, подвижности ионов и величины пространственного заряда. Так как напряженность поля определяется разностью потенциалов между анодом и катодом (напряжением на ни-

ти относительно цилиндра) и геометрией счетчика (радиусом катода и радиусом нити), то в конечном счете для счетчика данного типа и конструкции мертвое время будет зависеть от напряжения $V_{сч}$, подаваемого на нить, а точнее—от перенапряжения $V_{сч}-V_r$, где V_r —порог области Гейгера. С увеличением перенапряжения мертвое время медленно убывает.

Время передвижения положительных ионов до $r_{кр}$ зависит от подвижности этих ионов, то есть от конкретного состава и давления газа, наполняющего счетчик. Кроме этого, мертвое время счетчика является функцией скорости счета, то есть загрузки счетчика. Это связано с величиной пространственного заряда—числом положительных ионов.

Если частицы поступают в счетчик часто (большая активность), то многие из них попадают в период восстановления поля и создают относительно мало ионов (слабый импульс). Чем меньше созданный в счетчике положительный пространственный заряд, тем на меньшее расстояние $r_{кр}$ он должен отойти от нити, чтобы стала возможной новая вспышка разряда. Поэтому при больших скоростях счета мертвое время счетчика уменьшается. И, наоборот, если частицы приходят редко, то почти все они попадают в счетчик после восстановления поля, создают импульсы максимальной амплитуды и, соответственно, большее число положительных ионов, что приводит к увеличению мертвого времени.

Следует, однако, заметить, что даже при значительном изменении скорости счета величина мертвого времени меняется мало. Поэтому число просчетов, которое зависит от произведения $N\tau_{сч}$ (см. ниже), особенно велико при больших нагрузках N , несмотря на несколько меньшее значение $\tau_{сч}$.

На практике достаточно определить значение мертвого времени счетчика при постоянном напряжении $V_{сч}=V_p$ и некоторой средней скорости счета, отвечающей условиям опыта. При этом неточность в определении мертвого времени в связи с вариациями скорости счета практически не влияет на величину поправки на просчеты. Как было указано, мертвое время самогасящихся счетчиков Гейгера-Мюллера имеет порядок 10^{-4} сек. Величина времени восстановления—того же порядка.

Поправка на мертвое время. Пусть N_0 —среднее число частиц, попавших в счетчик за одну минуту—«истинная» скорость счета, N —число частиц, зарегистрированных за минуту механическим счетчиком, и τ —общее разрешающее время установки (в минутах), которое принимается постоян-

ным. Тогда истинную скорость счета можно вычислить по формуле:

$$N_0 = \frac{N}{1 - N\tau} \quad (1)$$

Поскольку обычно регистрация импульсов ведется при большом коэффициенте пересчета ($k=64$), под τ следует подразумевать мертвое время счетчика $\tau_{сч}$.

Если мертвое время $\tau_{сч}$ выражено в секундах, то формула (1) принимает следующий вид:

$$N_0 = \frac{N}{1 - \frac{N \tau_{сч}}{60}} \quad (1')$$

Мы опускаем элементарный вывод формулы (1), отсылая желающих к литературе.

Из формулы (1) следует, что относительное число просчетов

$$\frac{N_0 - N}{N} = N_0 \tau_{сч} = \frac{N \tau_{сч}}{1 - N \tau_{сч}} \quad (2)$$

Например, при $\tau_{сч} = 3 \cdot 10^{-4}$ сек. и скорости счета $N = 100$ имп/сек. (6000 имп/мин.) счетчик не успевает зарегистрировать 3% частиц, а при скорости счета $N = 500$ имп/сек. (30 000 имп/мин.) просчет уже составляет около 18%.

Формулы (1) или (1') позволяют точно учесть поправку на просчеты при скоростях счета не более 30000 имп/мин. Для более высоких скоростей счета истинное число частиц N_0 , попавших в счетчик в единицу времени, определяется по более точной формуле:

$$N_0 = N e^{N \tau_{сч}} \quad (3),$$

где e — основание натуральных логарифмов.

Обычно при скоростях счета $N \leq 2000$ имп/мин поправку на мертвое время не вводят, так как ее величина (1—1,5%), как правило, не превосходит статистической ошибки измерения скорости счета.

Пользуясь формулой (1), можно построить график зависимости поправки на просчеты $K_\tau = \frac{N_0}{N}$ от произведения $N \tau_{сч}$.

Такой график приведен на рис. 21. Зная мертвое время $\tau_{сч}$, находят для данного значения N величину $N \tau_{сч}$. Произведения $N \tau_{сч}$ отложены по оси абсцисс. Соответствующие значе-

ния поправки $\frac{N_0}{N}$ находят на оси ординат.

Если мертвое время счетчика неизвестно, то для определения истинной скорости счета можно воспользоваться следующим методом. Приготавливают серию (до 50) точечных ра-

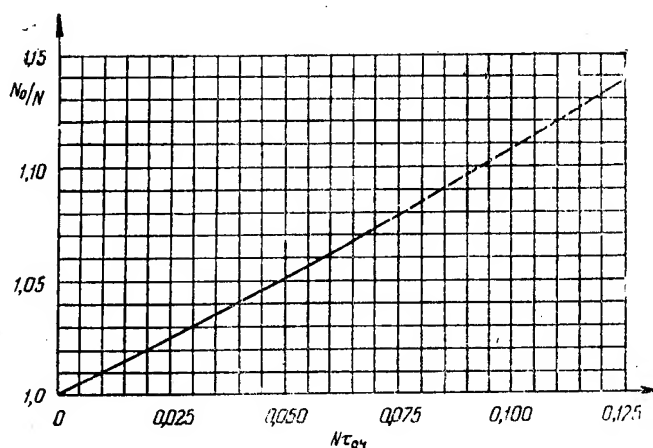


Рис. 21. К определению поправки на мертвое время.

диоактивных источников, каждый из которых дает небольшую скорость счета ($N \sim 500$ имп/мин). Предварительно измеряют скорость счета от каждого источника. Затем измеряют общую скорость счета, последовательно увеличивая число излучателей и помещая их в ту же позицию под счетчиком, как и в случае отдельного измерения. После измерений строят график, откладывая по оси абсцисс сумму скоростей счета отдельных препаратов (N_0), а по оси ординат—соответствующую скорость счета (N) этих же препаратов, измеренных вместе (рис. 22).

Если на осях координат нанесен одинаковый масштаб, то при отсутствии просчетов график имел бы вид прямой, проведенной из начала координат под углом 45° к осям (пунктир). Реальная кривая отклоняется от этой прямой к оси абсцисс. Для того чтобы по данной скорости счета N найти истинное число частиц N_0 , из соответствующей точки на оси ординат проводят прямую, параллельную оси абсцисс, до пересечения с опытной кривой и опускают перпендикуляр на

ось абсцисс. Место падения перпендикуляра соответствует истинной скорости счета N_0 .

Этот метод определения истинной скорости счета хорош тем, что в нем автоматически учитывается изменение мертвого времени счетчика при увеличении загрузки. Однако на практике он довольно сложен, так как требует исключительно точной работы и специальных приспособлений для размещения большого числа образцов. Существует ряд других способов определения

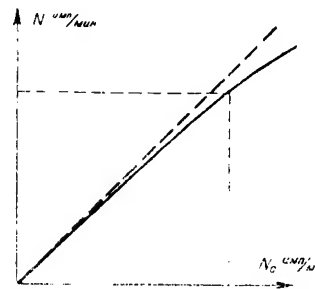


Рис. 22. К определению истинной скорости счета N_0 опытным путем.

поправки на просчет, на которых мы не будем останавливаться.

Для наших целей достаточно предположить постоянство мертвого времени в интервале скоростей счета от 3000 до 30 000 импульсов в минуту и вводить поправку на просчет по формуле (1) или по графику рис. 21, предварительно определив опытным путем мертвое время $\tau_{сч}$ при некоторой средней скорости счета.

Определение мертвого времени счетчика методом двух источников. Если поместить под счетчиком два радиоактивных препарата, имеющих приблизительно одинаковую активность, и принять следующие обозначения:

N_{01} —истинное число частиц, попадающих в счетчик в 1 минуту от 1-го препарата;

N_{02} —то же от 2-го препарата;

$N_{01,2}$ —то же от 1-го и 2-го препаратов вместе;

N_1 —измеренная скорость счета 1-го препарата;

N_2 —то же 2-го препарата;

N_{12} —то же 1-го и 2-го препаратов вместе;

$\tau_{сч}$ —мертвое время счетчика,

то на основании соотношения (1) будем иметь:

$$N_{01} = \frac{N_1}{1 - N_1 \tau_{сч}} \quad N_{02} = \frac{N_2}{1 - N_2 \tau_{сч}} \quad N_{01,2} = \frac{N_{12}}{1 - N_{12} \tau_{сч}}$$

Так как $N_{01,2} = N_{01} + N_{02}$, то

$$\frac{N_{12}}{1 - N_{12} \tau_{сч}} = \frac{N_1}{1 - N_1 \tau_{сч}} + \frac{N_2}{1 - N_2 \tau_{сч}}$$

Решая это уравнение относительно $\tau_{\text{сч}}$ и пренебрегая членами, содержащими квадрат малой величины $\tau_{\text{сч}}$, получаем окончательно:

$$\tau_{\text{сч}} = \frac{N_1 + N_2 - N_{12}}{2N_1N_2} \text{ мин.} \quad (4)$$

Поскольку в сумму $N_1 + N_2$ дважды входит фон счетчика, а член N_{12} включает в себя фон один раз, нужно еще произвести вычитание фона в числителе.

$$\text{Окончательно: } \tau_{\text{сч}} = \frac{N_1 + N_2 - N_{12} - N_{\text{ф}}}{2N_1N_2} \text{ мин.} \quad (4')$$

Принадлежности:

1. Установка типа Б-2.
2. Счетчик Т-25-БФЛ в свинцовом домике.
3. Два коллимированных источника β -частиц (Tl^{204}).
4. Плексигласовая подставка для источников.
5. Эталон U^{238} . Препарат Sr^{90} .
6. Миллиметровая бумага.
7. Арифмометр или счетная машина.

Упражнение 1

Определение мертвого времени счетчика Т-25-БФЛ.

В работе используются два коллимированных источника β -излучения радиоактивного изотопа Tl^{204} . Каждый препарат

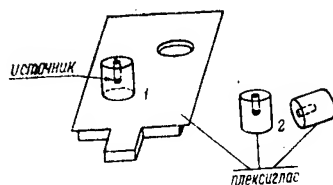


Рис. 23. Подставка с препаратами для определения мертвого времени счетчика.

выполнен в виде плексигласового «бочонка» со сверлением, на дне которого помещен источник излучения. Оба препарата вставляются в соответствующие гнезда плексигласовой подставки (рис. 23), которая укрепляется в столике торцового счетчика. Помимо «заряженных» препаратов, имеется

один «холостой» бочонок (фишка), который помещается в пустое гнездо при измерении одного из препаратов.

Порядок выполнения упражнения следующий. Включают установку, подают на счетчик его рабочее напряжение и ожидают 10—15 минут, пока установка прогреется. Затем при

кратности пересчета $k=64$ измеряют эталон и фон в течение 5 минут. Результаты измерения эталона и фона фиксируют в протоколе воспроизводимости.

Устанавливают в 1-е гнездо плексигласовой подставки (см. рис. 23) 1-й препарат; в другое гнездо помещают холостую фишку. При этом следует пользоваться пинцетом и следить за тем, чтобы оба бочонка были полностью утоплены в гнезда.

Помещая подставку с источником на разные позиции стола, добиваются скорости счета приблизительно 10 000—12 000 *имп/мин*. Установив подставку на выбранную позицию, приступают к измерениям числа импульсов 1-го препарата в течение 20 минут. Затем вынимают из гнезда холостую фишку и помещают на ее место 2-й препарат (доотказа). Измеряют с той же позиции общее число импульсов 1-го и 2-го препаратов в течение 20 минут. Наконец, не трогая 2-го препарата, вынимают 1-й препарат и помещают вместо него холостую фишку. Измеряют в тех же условиях 2-й препарат в течение 20 минут.

После этого необходимо измерить фон с той же подставкой, убрав препарат из гнезда. Фон измеряется 10 минут.

Результаты измерений заносят в таблицу 1. Подставляя значения скоростей счета N_1 , N_{12} , N_2 и N_ϕ в формулу (4'), определяют величину мертвого времени счетчика $\tau_{сч}$ в минутах.

Так как в формуле (4') числитель содержит малую разность между двумя большими величинами $(N_1+N_2)-(N_{12}+N_\phi)$ то для получения надежного опытного результата нуж-

Таблица 1

Дата _____ Установка № _____ Счетчик Т-25-БФЛ № _____
 $V_p =$ _____ вольт $k=64$; Препараты Т²⁰⁴

№ препарата	Время измерения t мин	Показания a (в)	Число импульсов за t мин, n имп	Скорость счета N имп/мин
1	20			
1+2	20			
2	20			
Фон	10			

но все измерения производить с очень большой точностью. Этим и объясняются увеличение времени измерения каждого препарата и указанные выше предосторожности при подготовке к измерениям. Окончательный результат записывают под таблицей в виде:

$$\tau_{сч} = \frac{N_1 + N_2 - N_{12} - N_{\Phi}}{2N_1N_2} [\text{мин.}] = \dots \text{ мин.}$$

Для того чтобы выразить $\tau_{сч}$ в секундах, нужно полученное значение $\tau_{сч}$ (мин.) умножить на 60.

$$\tau_{сч} = \dots \text{ сек.}$$

Упражнение 2

Введение поправки на мертвое время

Изменяя расстояние препарата от счетчика, измерить активность препарата Sr^{90} при $k=64$ и $N \sim 2000$ имп/мин., $\sim 10\,000$ имп/мин., $\sim 25\,000$ имп/мин. в течение 3-х минут с каждой позиции. Измерить фон в течение 3 минут. Определить истинную скорость счета N_0 в каждом случае, вводя поправку на мертвое время по формуле:

$$N_0 = \frac{N}{1 - N\tau_{сч}}$$

При обработке результатов измерений следует сначала вводить поправку на мертвое время, а затем вычитать фон. Это правило должно соблюдаться и в дальнейшей работе. Заполнить таблицу 2.

Т а б л и ц а 2

Препарат Sr^{90}			$k=64;$	$V_p = \dots$ вольт ;	$\tau_{сч} = \dots$ мин		
№ измерения	№ позиции	t мин	a (в)	n имп	N $\frac{\text{имп}}{\text{мин}}$	$N_0 \frac{\text{имп}}{\text{мин}}$	$N_{пр} = N_0 - N_{\Phi}$ $\frac{\text{имп}}{\text{мин}}$
1		3					
2		3					
3		3					
Фон	—						

Упражнение 3

Построение таблицы поправок на мертвое время
счетчика

а) Пользуясь найденным значением мертвого времени счетчика $\tau_{\text{сч}}$, можно составить таблицу поправочных коэффициентов K_{τ} . Для этого, задавшись определенной скоростью счета N , рассчитывают поправочный коэффициент либо по

формуле:
$$K_{\tau} = \frac{N_0}{N} = \frac{1}{1 - N\tau_{\text{сч}}},$$

либо по графику рис. 21.

Таблица составляется по следующей форме:

Таблица 3

Поправка на мертвое время												
N имп/мин	2000	3000	4000	5000	6000	7000	8000	9000	10 000	12 000	15 000	20 000
$K_{\tau} = \frac{N_0}{N}$												

Таблица 3 и график поправок (рис. 21) потребуются для выполнения следующих работ.

ЛИТЕРАТУРА

В. Векслер, Л. Грошев, Б. Исаев. Ионизационные методы исследования излучений. Гостехиздат, 1949.

РАБОТА № 6

ИЗУЧЕНИЕ ЗАВИСИМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЯ НА ТОРЦОВОМ СЧЕТЧИКЕ ОТ ГЕОМЕТРИЧЕСКИХ УСЛОВИЙ

Об относительных и абсолютных измерениях. Измерения активности с помощью счетчиков могут быть относительными и абсолютными. При относительных измерениях сравниваются скорости счета от разных источников при одинаковых геометрических условиях, постоянстве формы и размеров образцов и выполнении ряда других требований, в основе которых лежит стандартизация условий измерения. Скорости счета разных препаратов можно сравнивать между собой, строго говоря, лишь в том случае, если все исследуемые препараты содержат один и тот же радиоактивный изотоп. В противном случае условия регистрации различных излучений будут неодинаковыми и потребуются вводить ряд поправок, учитывающих различие в типе и энергии излучения.

Результаты относительных измерений активности выражаются в импульсах в минуту. Практически это удобно, хотя при этом неявно подразумеваются какие-то вполне определенные условия измерения—конкретный счетчик, конкретная геометрия, данный тип излучения и т. д. Выражение активности в импульсах в минуту не является независимым. Несмотря на это, большинство исследований при помощи метода «меченых атомов» (в том числе в биологии и сельском хозяйстве) проводятся путем относительных измерений, которые оказываются вполне достаточными для решения целого ряда научных и практических задач.

К категории относительных измерений относится также сравнение измеряемого препарата со стандартным препаратом того же самого изотопа, абсолютная активность которого заранее известна.

Методы определения активности, основанные на подсчете полного числа распадающихся ядер, носят название абсолютных методов. В этом случае активность препаратов определяется непосредственно в абсолютных единицах—кюри, милликюри, микрокюри. Абсолютные измерения активности производят при помощи специальных счетчиков, т. н. 4π -счетчиков, внутри которых помещается исследуемый препарат (см. работу № 13). Наряду с этим абсолютную активность (преимущественно β -излучающих изотопов) часто определяют при помощи обычного торцового счетчика с фиксированной геометрией. В этом методе необходимо уметь правильно учитывать роль ряда факторов и вносить в результаты измерений соответствующие поправки. При всяких измерениях со счетчиками существенную роль оказывают следующие факторы:

- 1) мертвое время,
- 2) фон,
- 3) воспроизводимость показаний,
- 4) геометрический фактор (величина относительного телесного угла),
- 5) эффективность счетчика,
- 6) поглощение β -излучения в воздухе и стенке счетчика,
- 7) самопоглощение и саморассеяние β -излучения в образце,
- 8) обратное рассеяние β -излучения от подложки препарата,
- 9) схема распада изотопа,
- 10) статистические и другие ошибки измерений.

Здесь и далее речь идет об измерениях активности изотопов, испускающих β -излучение. Другие случаи будут оговорены. При абсолютных измерениях точный учет влияния всех указанных факторов совершенно необходим. Относительные измерения требуют учета только первых трех поправок и вычисления ошибок опыта. Однако это справедливо лишь при условиях, обеспечивающих строгое постоянство действия других факторов при измерениях активности всех сравниваемых образцов. Например, если проводятся относительные измерения активности двух радиоактивных проб, имеющих различную толщину, то без учета самопоглощения β -излучения в образцах результаты сравнивать нельзя. Поэтому изучение влияния каждого из 10 перечисленных факторов на результаты измерений тесно связано с требованием стандартизации условий относительных измерений и если она в силу тех или иных

причин нарушается, необходимо немедленно внести соответствующую поправку. Более подробно вопросы о влиянии всех упомянутых факторов на результаты относительных и абсолютных измерений, в том числе случаи, когда некоторыми из них можно пренебречь, будут рассмотрены в соответствующих работах.

Напомним, что мы уже научились вводить поправку на мертвое время, учитывать фон счетчика и проверять при помощи эталона воспроизводимость показаний.

Перейдем к изучению роли геометрических условий при измерениях активности препаратов счетчиком Гейгера-Мюллера.

Зависимость скорости счета от расстояния между счетчиком и образцом. Если все исследуемые препараты помещаются на одном и том же расстоянии от счетчика, то, естественно, при относительных измерениях нет необходимости заниматься этим вопросом. Однако на практике часто приходится изменять расстояние препарата от счетчика, чтобы подобрать оптимальную скорость счета. Кроме этого, нельзя гарантировать отсутствия смещений по вертикали центров образцов, что может быть связано с различной толщиной подставки, чашечки и т. п. Ошибки, обусловленные некоторым различием во взаимном расположении препаратов и счетчика, резко возрастают по мере приближения препарата к счетчику; одновременно сильнее сказывается и неравномерность распределения активности в препаратах. Поэтому при относительных измерениях рекомендуется помещать образцы по возможности дальше от счетчика. Если источник может рассматриваться как точечный, то при регистрации β -излучения торцовым счетчиком Т-25-БФЛ оптимальное расстояние между препаратом и окошком счетчика составляет около 2 см. Под «точечным» обычно понимается источник, поперечные размеры которого много меньше диаметра окна счетчика и расстояния до счетчика.

Интенсивность излучения точечного источника убывает обратно пропорционально квадрату расстояния. Пусть такой источник испускает в единицу времени равномерно во все стороны пространства (изотропно) J_0 частиц. Если на расстоянии $R_{\text{см}}$ от источника представить себе сферу с центром в источнике, то поверхность ее будет равна, как известно, $4\pi R^2$ квадратных сантиметров. Следовательно, на 1 см^2 данной сферы будет попадать $\frac{J_0}{4\pi R^2}$ частиц. Для β -излучения, строго говоря,

это не соблюдается, так как β -частицы на пути в $R_{\text{см}}$ воздуха испытывают некоторое поглощение, которое можно оценить дополнительным множителем $e^{-\mu R}$, где μ — коэффициент поглощения (см. работу № 9). Однако, применяя источники жесткого β -излучения (Sr^{90} , P^{32}), для которого поглощение на малых расстояниях в воздухе несущественно, можно рассматривать зависимость от расстояния, пренебрегая множителем $e^{-\mu R}$.

При увеличении расстояния R от источника число частиц J , приходящихся на 1 см^2 рассматриваемой поверхности, квадратично убывает. Принимая поверхность слюдяного окна торцового счетчика за некоторый участок сферы и помещая источник на разные расстояния ($R_1, R_2, \dots R_i, \dots R_n$) от счетчика, мы должны обнаружить разные скорости счета, а именно:

$$N_1 = c \frac{J_0}{4\pi R_1^2}; \quad N_2 = c \frac{J_0}{4\pi R_2^2} \dots N_n = c \frac{J_0}{4\pi R_n^2} \quad (1)$$

Коэффициент пропорциональности «с» учитывает, что скорость счета постоянно зависит и от других факторов. Отсюда следует, что:

$$N_1 R_1^2 = N_2 R_2^2 = \dots = N_i R_i^2 = \dots = N_n R_n^2 \quad (2)$$

Окончательно получаем соотношение:

$$\frac{N_k}{N_i} = \left(\frac{R_i}{R_k} \right)^2 \quad (3)$$

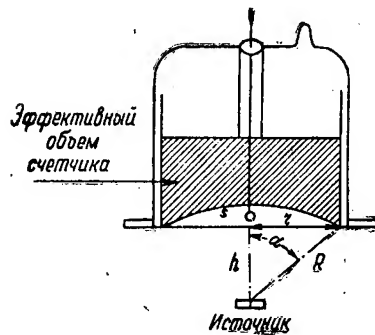
В упражнении 1 настоящей работы изучается эта зависимость для шести различных расстояний препарата от счетчика. Следует отметить, что в реальном эксперименте наблюдается более слабая зависимость скорости счета от расстояния, что связано с нарушением изотропии β -излучения вследствие рассеяния и обратного отражения.

Зависимость скорости счета от величины телесного угла. Геометрический фактор. На рис. 24 показано взаимное расположение препарата и торцового счетчика.

При абсолютных измерениях активности приходится учитывать, что в счетчик попадает лишь часть излучения, испускаемого источником во всех направлениях. Эта доля излучения заключена в пределах некоторого телесного угла Ω , под которым окно торцового счетчика видно из препарата.

Для торцового счетчика и круглого «точечного» источника, расположенного на продолжении оси счетчика (см. рис.

24), величина телесного угла может быть подсчитана следующим образом. Пусть r —радиус окна счетчика, h —расстояние от препарата до счетчика. Телесный угол измеряется отношением



нием площади, вырезаемой данным конусом на поверхности шара произвольного радиуса, к квадрату радиуса этого шара. Поэтому телесный угол Ω с вершиной в центре препарата, вырезаемый окном счетчика, будет, очевидно, равен:

$$\Omega = \frac{S}{R^2},$$

Рис. 24. К определению геометрического фактора для торцового счетчика.

где S — поверхность шарового сегмента, а $R = \sqrt{h^2 + r^2}$ — радиус сферы, ограничивающей эффективный объем счетчика (см. рис. 24).

Принимая во внимание, что $S = 2\pi R(R - h)$ и заменяя R через $\sqrt{h^2 + r^2}$, после несложных преобразований получим:

$$\Omega = 2\pi \left(1 - \frac{h}{\sqrt{h^2 + r^2}} \right). \quad (4)$$

Знание телесного угла необходимо для определения геометрического фактора.

Геометрический фактор (или геометрический коэффициент счета) определяет, какая доля от общего числа J_0 частиц, испускаемых препаратом изотропно по всем направлениям, попадает на счетчик, т. е.

$$\eta = \frac{J}{J_0}, \quad (\eta \leq 1), \quad (5)$$

где J —число частиц, падающих на счетчик. Это соотношение учитывает только геометрические условия, игнорируя действие других факторов. С другой стороны, геометрический фактор η равен отношению телесного угла Ω к полному телесному углу 4π , то есть $\eta = \frac{\Omega}{4\pi}$ (относительный телесный угол).

Подставляя в эту формулу значение Ω для торцового счетчика, получим:

$$\eta = \frac{1}{2} \left(1 - \frac{h}{\sqrt{h^2 + r^2}} \right) = \frac{1}{2} \left[1 - \frac{1}{\sqrt{1 + \left(\frac{r}{h} \right)^2}} \right] \quad (7)$$

Этим выражением мы будем пользоваться при выполнении второго упражнения данной работы. Выражение, определяющее геометрический коэффициент для торцового счетчика, часто записывают иначе:

$$\eta = 0,5(1 - \cos \alpha) \quad (8)$$

Здесь α — половинная апертура угла, под которым чувствительный объем счетчика виден из препарата (рис. 24), причем:

$$\cos \alpha = \frac{h}{\sqrt{h^2 + r^2}}.$$

Если на близком расстоянии от окна счетчика поставить диафрагму, диаметр которой меньше диаметра окна счетчика, то геометрический фактор по-прежнему будет выражаться формулой (7), но r будет соответствовать радиусу отверстия диафрагмы, а h — расстоянию от препарата до верхней плоскости диафрагмы (рис. 25).

Диафрагмы изготовляют обычно из алюминия или латуни толщиной не менее слоя полного поглощения β -частиц исследуемого изотопа; края диафрагмы делают скошенными по направлению крайних лучей от препарата. Применение диафрагм позволяет точнее фиксировать относительный телесный угол, особенно если неизвестно точное положение чувствительного (эффективного) объема счетчика. Одновременно улучшается воспроизводимость показаний прибора. При измерениях высокой точности следует учитывать, что телесный угол счетчика частично экранируется бусинкой на конце нити.

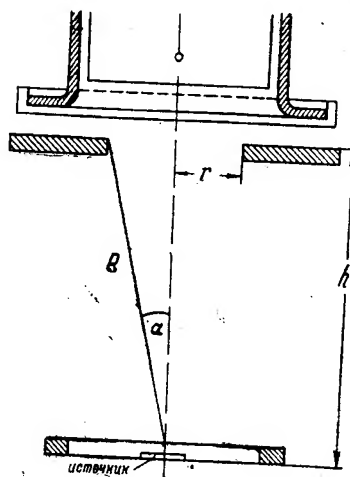


Рис. 25. К определению геометрического фактора при помощи диафрагмы.

Если размеры препарата таковы, что он не может рассматриваться как точечный источник, то значения геометрического коэффициента будут отличаться от рассчитанных по формуле (7). Это особенно сказывается при расстояниях $h \sim 0,5-0,7 \cdot r$. При $h > 2r$ поперечные размеры образца не так сильно влияют на величину телесного угла. В этом случае рекомендуется измерять препараты, диаметр которых не превышает радиуса окна счетчика. При этом с точностью до 2% можно пользоваться значениями η , соответствующими точечному источнику. Более точные формулы для определения геометрического фактора приведены в книге [2].

В упражнении 2 определяются четыре значения геометрического фактора η для двух диафрагм разного радиуса и двух различных расстояний препарата. Вводя поправки на геометрический фактор в соответствующие скорости счета N_1, N_2, N_3, N_4 , определяют абсолютную активность источника по формуле: $J_0 = \frac{N_i}{\eta_i}$.

Эта формула весьма приближенно дает значение числа частиц, испускаемых источником в единицу времени, ибо она не учитывает поглощения и рассеяния излучения в воздухе и окне счетчика, обратного отражения от подложки, самопоглощения в препарате и т. д. Влияние этих факторов при абсолютных измерениях будет рассмотрено в работе № 13.

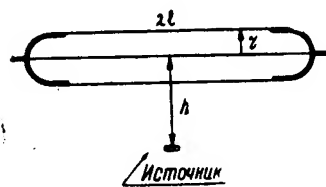


Рис. 26. К определению геометрического фактора для цилиндрического счетчика.

Укажем, что в случае цилиндрического счетчика для достаточно малого источника (предполагается, что размеры источника меньше радиуса катода счетчика), расположенного на расстоянии h от оси счетчика (см. рис. 26), геометрический фактор вычисляется по формуле:

$$\eta = \frac{l}{2\pi r} \arcsin \frac{r}{l}, \quad (9)$$

где $2l$ — длина счетчика, $2r$ — его диаметр.

Принадлежности: 1. Установка типа Б-2. 2. Торцовый счетчик Т-25-БФЛ. 3. Урановый эталон. Препарат R^{32} (Sr^{90}) на слюде. 4. Две алюминиевые диафрагмы с отверстиями разного диаметра (~ 20 мм и 12 мм). Толщина диафрагм

~ 3 мм. 5. Линейка, штанген-циркуль, миллиметровая бумага. 6. Логарифмическая линейка, математический справочник, арифмометр или счетная машина.

Упражнение 1

Изучение зависимости скорости счета от расстояния R между препаратом и торцовым счетчиком

После измерений эталона и фона приступают к измерениям скорости счета точечного источника P^{32} (или Sr^{90}), помещенного на слюдяной пластинке. Помещая препарат последовательно на 3, 5, 7, 9, 11 и 13 позиции столика для образцов, измеряют соответствующие скорости счета в течение 5 минут при $k=64$.

При определении расстояния R между препаратом и счетчиком нужно иметь в виду, что в R входит также расстояние от слюдяного окна торцового счетчика до нижней границы его чувствительного объема (см. рис. 24). Точное определение этой границы затруднительно; ориентировочно можно считать, что она проходит несколько выше (~на 1 мм) верхнего края стеклянной бусинки, которой оканчивается нить счетчика. Учитывая это обстоятельство, можно принять расстояние R, соответствующее положению тонкого препарата на 1-й позиции данного столика, равным 10 мм. Принимая во внимание, что расстояние между позициями столика равно 4 мм, определяют величину R для каждого положения препарата. Результаты измерений фиксируются в таблице 1.

Таблица 1

Дата _____		Счетчик Т-25-БФЛ № _____		Препарат _____						
$\kappa=64;$		$N_{\Phi} =$ _____		имп/мин						
Индекс i	Номер позиции	R мм	t мин	$a(n)$	n имп	$N_{\text{имп}}$ мин	N_0 (с уче- том $\tau_{\text{сч}}$)	$N_{\text{пр}} =$ $N_0 - N_{\Phi}$	$\frac{N_{\text{пр},1}}{N_{\text{пр},i}}$	$\left(\frac{R_i}{R_1}\right)^2$
1	3		5						1,00	1,00
2	5		5							
3	7		5							
4	9		5							
5	11		5							
6	13		5							

Значения скоростей счета N необходимо исправить на мертвое время счетчика, пользуясь таблицей поправок или графиком (см. предыдущую работу). Из полученных значений N_0 затем вычитают фон счетчика и соответствующие величины $N_{пр} = N_0 - N_{ф}$ заносят в 9-й столбец таблицы 1. На-

конец, определяют величину отношения $\frac{N_{пр.1}}{N_{пр.i}}$, где $N_{пр.1}$ —

истинная скорость счета препарата (с учетом мертвого времени и фона) при наименьшем расстоянии R ($i=1$, позиция № 3), а $N_{пр.i}$ — та же величина для каждого i -го положения препарата.

Как указывалось, для точечного источника в идеальном случае (отсутствие поглощения, полная изотропия излучения)

должно иметь место соотношение $\frac{N_{пр.1}}{N_{пр.i}} = \left(\frac{R_1}{R_i}\right)^2$.

Сопоставляя полученные экспериментальные результаты (предпоследний столбец таблицы) с вычисленными значениями $\left(\frac{R_1}{R_i}\right)^2$ (последний столбец), судят о том, насколько эта зависимость выполняется в данных конкретных условиях.

Упражнение 2

Определение геометрического фактора. Оценка абсолютной активности препарата

Переходя ко 2-му упражнению, необходимо снова измерить фон счетчика. Время измерения фона — 10 минут.

Радиоактивный препарат P^{32} (Sr^{90}), с которым проводились измерения в 1 упражнении, устанавливается в одном случае на 6-ю позицию столика, а в другом — на 10-ю. На 2-ю позицию столика помещается сначала алюминиевая диафрагма с большим отверстием, а затем — диафрагма с малым отверстием. Для каждого положения препарата необходимо определить геометрический фактор η (относительный телесный угол) при большом и малом отверстиях и измерить соответствующие скорости счета в течение 5 минут.

Геометрический фактор определяется по формуле (7), причем в качестве h следует взять расстояние от препарата до верхней плоскости диафрагмы, а в качестве r — радиус отверстия диафрагмы. При определении h и r удобно пользоваться

миллиметровой бумагой и штанген-циркулем. Полученные результаты заносятся в таблицу 2.

Т а б л и ц а 2

Счетчик Т-25-БФЛ № _____ Толщина слюды = _____ мг/см²
 Препарат _____ $\kappa=64$; $N_{\phi} =$ _____ имп/мин

№ № пп	Радиус диафрагмы г мм	Расстояние h мм	$\frac{r}{h}$	η	t мин	n имп	N имп/мин	N ₀	N _{пр} имп/мин	$\frac{N_{пр}}{J_0} = \eta$
1					5					
2					5					
3					5					
4					5					

У к а з а н и е: при определении геометрического фактора η необходимо промежуточные вычисления производить с точностью до 4-го знака. В таблицу записывают значения η с точностью до 3-го знака. Пользуясь значениями геометрического фактора η и соответствующих им скоростей счета $N_{пр}$, определяют число частиц J_0 , испускаемых препаратом в 1 минуту в полный телесный угол 4π . При этом используют отношение $J_0 = \frac{N_{пр}}{\eta}$. Определенные таким образом четыре значения

J_0 должны совпадать между собой, так как во всех случаях источником излучения служит один и тот же препарат. На деле, однако, наблюдается значительный разброс в значениях J_0 , который обусловлен неточностью в определении η , а главным образом — игнорированием других факторов (см. введение к данной работе), неодинаково влияющих на скорость счета при различных геометрических условиях.

Из четырех результатов находят среднее значение \bar{J}_0 и определяют среднюю ошибку измерения по формуле:

$$m = \frac{\sum_{i=1}^{i=4} |J_{0i} - \bar{J}_0|}{4}$$

(Подробнее вопрос об ошибках опыта рассматривается в работе № 7).

Наконец, производят оценку абсолютной активности препарата в микюри (1 мкюри соответствует $3,7 \cdot 10^4$ распадов в секунду), пользуясь соотношением:

$$A = \frac{\bar{J}_0}{60.3,7 \cdot 10^4} \quad (10)$$

Эта формула справедлива лишь в тех случаях, когда ядерный распад исходного изотопа сопровождается испусканием одной частицы (например, для P^{32}). Ядра радиоактивного изотопа Sr^{90} , испытывая распад, превращаются, как известно, в ядра изотопа Y^{90} , которые в свою очередь являются β -радиоактивными. Поэтому, при условии радиоактивного равновесия между материнским и дочерним изотопами, каждому распаду исходного ядра Sr^{90} соответствует испускание двух β -частиц, и для вычисления абсолютной активности Sr^{90} (числа ядер Sr^{90} , распадающихся в 1 сек.) необходимо в знаменатель предыдущей формулы добавить коэффициент 2.

Еще раз подчеркиваем, что в данном упражнении производится лишь весьма приближенная оценка абсолютной активности препарата, так как мы здесь совершенно не учитываем взаимодействия β -излучения с веществом, которое может существенным образом повлиять на результаты измерений.

ЛИТЕРАТУРА

1. В. Бочкарев, И. Кеирим-Маркус и др. «Измерение активности бета- и гамма-излучений». Изд-во АН СССР, 1953.
2. К. К. Аглинцев «Дозиметрия ионизирующих излучений». ГИТТЛ стр. 188, Москва, 1957.

РАБОТА № 7

СТАТИСТИЧЕСКИЕ ОШИБКИ ИЗМЕРЕНИЙ

1. Радиоактивность как статистическое явление

Явление радиоактивного распада обусловлено внутренними закономерностями, свойственными ядрам данного изотопа. Радиоактивность порождается неустойчивостью атомных ядер, которая зависит от численного соотношения между протонами и нейтронами в ядре. При некотором оптимальном соотношении между нуклонами атомное ядро обладает минимумом внутренней энергии и является устойчивым. Если же это отношение нарушено в пользу нейтронов (или протонов), то соответствующее ядро находится в возбужденном энергетическом состоянии и стремится перейти в основное состояние, сбрасывая лишнюю энергию в виде энергии ядерных излучений. Реализация ядерных переходов осуществляется с той или иной вероятностью в зависимости от энергии возбуждения, значений спинов исходного и конечного ядра и др. параметров, определяемых структурой радиоактивных ядер. Никакие внешние воздействия не могут влиять на характер и скорость радиоактивного распада. Тип ядерного перехода, период полураспада, энергия излучения—явления закономерные и строго определенные для данного изотопа.

Однако, наряду с этим, мы сталкиваемся с другой особенностью радиоактивного распада, которая состоит в том, что число частиц, излучаемых совокупностью радиоактивных атомов (препаратом) за равные промежутки времени, не остается постоянным, а изменяется по законам случайных величин. Случайным является также и то, что из всей совокуп-

ности атомов данного радиоактивного вещества, в данный момент времени распадается именно этот, а не другой атом. Другими словами, радиоактивный распад—есть явление статистическое и к нему применимы законы статистики.

Таким образом, как и везде в природе, мы наблюдаем в явлении радиоактивного распада единство и взаимосвязь двух категорий—необходимости и случайности.

При обработке результатов измерений активности радиоизотопа существенную роль играют флуктуации числа распадов в единицу времени и, следовательно, числа частиц, регистрируемых счетной установкой. Действительно, измеряя несколько раз скорость счета при неизменном положении радиоактивного препарата, мы замечаем, что полученные значения числа импульсов не совпадают между собой. Например, могут быть получены такие значения скорости счета (в импульсах в мин.): 2520, 2490, 2475, 2543, 2452, 2501 и т. п.

Характеристикой изучаемого статистического процесса могут служить данные, полученные путем усреднения результатов большого числа наблюдений. Увеличение числа отдельных измерений повышает достоверность окончательного результата. К этому же приводит увеличение общего числа частиц, регистрируемых в опыте, которое достигается повышением времени отдельного измерения. Иначе говоря, получение результата высокой точности требует большого статистического материала.

Помимо статистических особенностей явления радиоактивного распада, при обработке измерений нужно принять во внимание действие случайных вариаций в условиях опыта, неизбежных в каждом эксперименте. Например, при работе со счетчиками частиц имеют место случайные ошибки в определении времени измерения, связанные с несинхронностью включения и выключения секундомера и регистрирующей установки; ошибки при снятии показаний со шкал счетных приборов; случайные колебания напряжения на счетчике и т. п. Сюда следует добавить также флуктуации фона, т. е. числа импульсов, вызванных в счетчике частицами постороннего происхождения. Все эти случайные причины отклоняют результаты измерений от истинного значения измеряемой величины. Таким образом, к ошибке, связанной со статистической природой радиоактивности, прибавляется ошибка, обусловленная случайными вариациями в условиях опыта. Оценка величины этой ошибки является необходимой частью экспериментальной работы.

2. Ошибки измерений

При измерениях какой-либо величины всегда возникают ошибки или погрешности, которые сказываются на результатах измерения. Различают систематические и случайные ошибки.

Систематические ошибки возникают из-за нарушения работы аппаратуры, несовершенства методики измерений, от постоянного одностороннего внешнего воздействия и других факторов, которые действуют регулярно либо в сторону увеличения, либо—уменьшения значения измеряемой величины. Например, источниками систематических ошибок могут служить: неправильная работа электромеханического счетчика установки Б-2 (пробросы стрелки или, наоборот, несрабатывание ее); применение отстающих или спешащих часов (секундомера); наличие вблизи установки постороннего источника радиоактивного излучения, о котором экспериментатор не подозревает. Систематические ошибки можно обнаружить математическим анализом результатов измерений, а источник их возникновения—тщательной проверкой всей аппаратуры и условий опыта. При производстве измерений систематические ошибки должны быть устранены.

Случайные ошибки вызываются причинами, связанными с вариациями восприятия органов чувств наблюдателя, с неполной воспроизводимостью всех условий опыта, с флуктуациями значения самой измеряемой величины. Однако возможны случайные ошибки в ту и другую стороны от истинного значения. Для анализа случайных ошибок следует применять законы, установленные теорией вероятности по отношению к многократному повторению случайных явлений.

Следует различать два источника происхождения случайных ошибок: 1) ошибки, возникающие при измерениях неизвестной величины, имеющей определенное значение (измерения длины стержня, веса тела, определение частоты переменного тока при помощи счета числа импульсов «проверки» на установке Б-2 и т. д.) и 2) ошибки измерения величины, которая сама подвержена статистическим колебаниям (определение средней пропускной способности метрополитена, среднего количества осадков, выпадающих в данной местности за год, измерение активности радиоактивного препарата или фона при помощи счетчика частиц).

Случайные ошибки при работе со счетной установкой могут возникать из-за колебания напряжения в электрической сети, несинхронного включения тумблера «Пуск» и секундо-

мера, недодержки или передержки длительности отдельных отсчетов и т. д.

Если систематические ошибки устранены, то задача сводится к тому, чтобы учесть влияние случайных ошибок на результаты измерений. Решение этой задачи дает статистическая теория ошибок. Кратко напомним основные определения и понятия, вытекающие из теории ошибок и необходимые при обработке данных.

3. Основные понятия, применяющиеся при статистической обработке данных по общей теории случайных ошибок (распределение Гаусса)

Пусть A —измеряемая неизменная величина. При измерениях получены следующие значения этой величины (варианты):

$$x_1, x_2, x_3 \dots x_i \dots x_k$$

Среднее арифметическое из всех полученных значений (k —число измерений)

$$\bar{x} = \frac{x_1 + x_2 + \dots + x_i + \dots + x_k}{k}, \quad (1)$$

является наиболее вероятным значением измеряемой величины A и тем точнее приближается к A , чем больше k . Отклонения наблюдаемых значений от среднего арифметического называются абсолютными ошибками отдельных измерений:

$$\epsilon_1 = x_1 - \bar{x}; \epsilon_2 = x_2 - \bar{x}; \dots \epsilon_k = x_k - \bar{x} \quad (2)$$

Средняя абсолютная ошибка отдельного измерения вычисляется по формуле:

$$m = \pm \frac{|x_1 - \bar{x}| + |x_2 - \bar{x}| + \dots + |x_k - \bar{x}|}{k} = \pm \frac{\sum |\epsilon_i|}{k} \quad (3)$$

Однако эта ошибка не характеризует в полной мере точности измерения. Надежность метода и достоверность результата измерений наилучшим образом может характеризовать лишь частота или вероятность встречи ошибок той или иной величины, т. е. лишь распределение ошибок по их величине. Согласно распределению Гаусса в общей теории ошибок имеют место следующие величины, определяющие точность измерений.

Средняя квадратичная ошибка отдельного измерения

$$\sigma = \pm \sqrt{\frac{\sum \varepsilon_i^2}{k-1}} \quad (4)$$

Эта величина называется также стандартным отклонением. Содержание этого понятия можно пояснить следующим образом. Вероятность того, что действительная ошибка измерений будет меньше σ , составляет примерно 70%, а вероятность получить ошибку, большую σ —30%. В то же время вероятность иметь ошибку измерений, большую 2σ , равна 4%. Ошибки больше, чем 3σ , вообще маловероятны—0,3%.

Закон нормального распределения ошибок (закон Гаусса) связывает величину ошибки $\varepsilon_i = x_i - \bar{x}$ с вероятностью ее появления P . Этот закон имеет следующий вид:

$$P = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} e^{-\frac{\varepsilon_i^2}{2\sigma^2}}$$

Графическое изображение этой зависимости дает кривую распределения ошибок по их величине, присущую данной серии измерений.

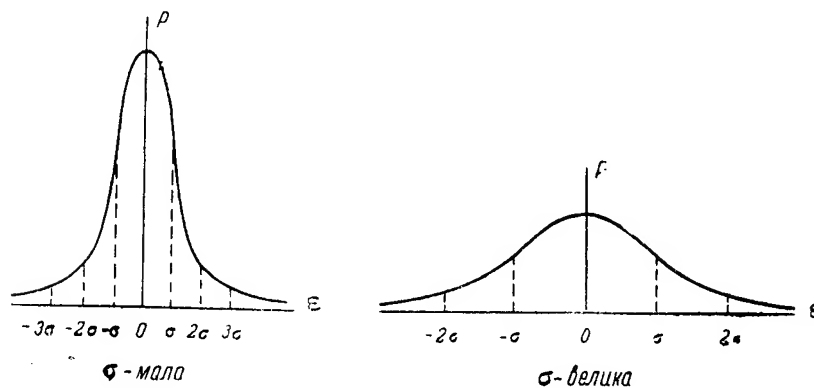


Рис. 27. Кривые распределения ошибок.

На рис. 27 приведены две кривые распределения ошибок. По горизонтальной оси отложены величины абсолютных ошибок ε , а по вертикальной—вероятность P появления ошибки, имеющей данную величину ε . Кривые имеют максимум

при $\varepsilon=0$. Чем больше ошибка ε , тем меньше вероятность ее появления. Равные по величине, но разные по знаку ошибки имеют одинаковую вероятность—кривые симметричны относительно вертикали, проходящей через максимум.

Две кривые, изображенные на рис. 27, имеют разную высоту максимума, а перегиб этих кривых находится на разном расстоянии от вершины. Это объясняется тем, что левая кривая построена для случая, когда стандартное отклонение отдельного измерения σ имеет малую величину. Результаты отдельных измерений сосредоточены тогда вблизи среднего значения, и большие ошибки встречаются редко. Поэтому кривая круто спускается книзу. Правая кривая относится к случаю, когда σ —велико и результаты измерения часто имеют значения, заметно отклоняющиеся от среднего (наивероятнейшего) значения.

Таким образом, приведенные кривые распределения Гаусса наглядно демонстрируют, что средняя квадратичная ошибка (стандартное отклонение) σ действительно может служить характеристикой точности отдельных измерений (их рассеивания вокруг среднего значения).

Иногда пользуются вероятной ошибкой отдельного измерения:

$$r=0,67\sigma \quad (5)$$

Существенным является вопрос о принадлежности отдельного измерения x_i к данному статистическому ряду. Если величина абсолютной ошибки данного измерения $\varepsilon_i = x_i - \bar{x}$ лежит в пределах значения $\pm 3\sigma$, то варианта x_i принадлежит к данному ряду и должна учитываться. Если же $|\varepsilon_i| > 3\sigma$, то такое измерение должно быть отброшено, так как оно не принадлежит данному ряду случайных величин и вызвано какими-то посторонними причинами. В случае измерения активности это может указывать на наличие каких-либо внезапных ошибок, например, проброс электромеханического счетчика, резкую вариацию фона и т. п.

Теория ошибок показывает, что если средние ошибки отдельных измерений m , σ , r , то ошибки результата (среднего арифметического) соответственно будут:

$$M_p = \frac{m}{\sqrt{k}}; \quad \sigma_p = \frac{\sigma}{\sqrt{k}}; \quad R_p = \frac{r}{\sqrt{k}} \quad (6)$$

Эти величины характеризуют отклонения среднего арифметического \bar{x} от измеряемой величины A , а не отдельных измерений x_i от \bar{x} , как в случае m , σ , r . Сравнивая между собой

различные значения среднего арифметического $\bar{x}_1, \bar{x}_2, \dots, \bar{x}_k$, каждое из которых получено из серии «к» измерений мы будем иметь значительно более близкие величины, чем при сравнении отдельных вариантов. Чаще всего пользуются средней квадратичной ошибкой результата:

$$\sigma_p = \pm \sqrt{\frac{\sum \varepsilon_i^2}{k(k-1)}}. \quad (7)$$

Если имеется несколько факторов, вносящих в результаты измерения различные ошибки $\sigma_1, \sigma_2, \sigma_3$ и т. д., то средняя квадратичная ошибка при совместном действии всех этих причин определяется из соотношения:

$$\sigma_p = \sqrt{\sigma_1^2 + \sigma_2^2 + \sigma_3^2 + \dots}. \quad (8)$$

На практике часто пользуются относительными ошибками результата измерений, которые определяются как отношение соответствующей абсолютной ошибки к среднему арифметическому и выражаются в процентах.

Средняя относительная ошибка результата:

$$\delta_{M_p} = \frac{M_p}{\bar{x}} \cdot 100\%. \quad (9)$$

Средняя относительная квадратичная ошибка результата:

$$\delta_{\sigma_p} = \frac{\sigma_p}{\bar{x}} \cdot 100\% = \sqrt{\frac{\sum \varepsilon_i^2}{k(k-1)}} \cdot \frac{100\%}{\bar{x}}. \quad (10)$$

Окончательный результат измерений записывается обычно в таком виде:

$$A = \bar{x} \pm \sigma_p = \bar{x} \pm \sqrt{\frac{\sum \varepsilon_i^2}{k(k-1)}}, \quad (11)$$

а точность результата определяется относительной ошибкой по формуле (10).

1. Статистические ошибки при измерениях радиоактивности

Выше рассматривался случай, когда измеряемая величина A имеет постоянное значение, а результаты измерений дают

совокупность значений, которые уклоняются от истинного значения по законам случайных величин. В явлении радиоактивного распада сама измеряемая величина (число распадов в единицу времени) не остается постоянной, а флуктуирует вблизи некоторого среднего значения. В этом случае при статистической обработке результатов измерений пользуются законом распределения Пуассона, следствие из которого состоит в том, что при большой статистике измерений (большом числе зарегистрированных частиц) среднее арифметическое является наилучшим приближением величины активности препарата, а мерой точности измерения является средняя квадратичная ошибка или стандартное отклонение.

Пользуясь нашими обозначениями, а именно:

n —общее число импульсов за время измерения,

N —число импульсов в 1 минуту (скорость счета),

t —время измерения в минутах,

получим, что искомая величина скорости счета N равна среднему арифметическому \bar{N} , которое здесь определяется как отношение общего числа импульсов ко времени измерения, т. е.

$$N = \bar{N} = \frac{n}{t}. \quad (12)$$

Этим соотношением мы пользовались и раньше, однако, его точное обоснование содержится в теории Пуассона, на которой мы подробно не останавливаемся.

Из теории Пуассона следует, что стандартное отклонение (или среднее статистическое отклонение), характеризующее точность измерения числа импульсов n , определяется следующим образом:

$$D_n = \pm \sqrt{n} \quad (13)$$

Стандартное отклонение при определении скорости счета равно:

$$D_N = \frac{D_n}{t} = \pm \frac{\sqrt{n}}{t} = \pm \sqrt{\frac{N}{t}}. \quad (14)$$

Относительное стандартное отклонение скорости счета:

$$\delta = \frac{D_N}{N} = \pm \frac{\sqrt{\frac{N}{t}}}{N} = \pm \frac{1}{\sqrt{Nt}} = \pm \frac{1}{\sqrt{n}} = \pm \frac{\sqrt{n}}{n} = \frac{D_n}{n} \quad (15)$$

Обычно под n , N и t понимают соответствующие значения для препарата и фона, измеряемых вместе. Если обозначать через n_{ϕ} , N_{ϕ} и t_{ϕ} те же величины для фона, а под $N_{\text{пр}}$ понимать скорость счета при измерении активности препарата без фона, то будем иметь: стандартное отклонение скорости счета N

$$D_N = \pm \sqrt{\frac{N}{t}},$$

стандартное отклонение скорости счета фона $D_{\phi} = \pm \sqrt{\frac{N_{\phi}}{t_{\phi}}}$, скорость счета от препарата без фона $N_{\text{пр}} = N - N_{\phi}$, стандартное отклонение скорости счета $N_{\text{пр}}$, согласно формуле (8):

$$D_{\text{пр}} = \pm \sqrt{D_N^2 + D_{\phi}^2} = \pm \sqrt{\frac{N}{t} + \frac{N_{\phi}}{t_{\phi}}} \quad (16)$$

Окончательный результат определения скорости счета (относительной активности препарата) записывается в виде:

$$A = N_{\text{пр}} \pm D_{\text{пр}} \text{ или } A = N - N_{\phi} \pm \sqrt{\frac{N}{t} + \frac{N_{\phi}}{t_{\phi}}}, \quad (17)$$

Этой формулой мы будем пользоваться при обработке результатов измерений активности.*

Часто ошибку выражают в процентах от измеряемой величины, т. е. вычисляют относительное стандартное отклонение или точность результата:

$$\delta_{\text{пр}} = \frac{D_{\text{пр}}}{N_{\text{пр}}} 100\% = \frac{\sqrt{\frac{N}{t} + \frac{N_{\phi}}{t_{\phi}}}}{N - N_{\phi}} 100\% \quad (18)$$

Иногда производят несколько отдельных измерений скорости счета N . Если k —число измерений, а t —время каждого измерения (одинаковое), то истинная скорость счета определяется как среднее арифметическое

$$\bar{N} = \frac{\sum n_i}{kt} = \frac{\sum N_i}{k}. \quad (19)$$

Стандартное отклонение в этом случае равно:

* Иногда вместо стандартного отклонения употребляют вероятную ошибку $W = 0,6745 D_{\text{пр}}$.

$$D_{\bar{N}} = \sqrt{\frac{N}{kt}}, \quad (20)$$

а относительная ошибка:

$$\delta_{\bar{N}} = \frac{D_{\bar{N}}}{\bar{N}} 100\% \quad (21)$$

5. Рациональный выбор времени измерения препарата и фона. Случай, когда фоном можно пренебречь.

Пользуясь выражением (18) для относительной ошибки или точности результатов $\delta_{\text{пр}}$, можно определить продолжительность измерения, необходимую для получения результата с заданной точностью $\delta_{\text{пр}}$ при определенной скорости счета. Наибольшая экономия времени достигается при следующем выборе времени измерения активности препарата с фоном t и времени измерения фона $t_{\text{ф}}$:

$$t = \frac{N + \sqrt{NN_{\text{ф}}}}{D^2_{\text{пр}}} = \frac{N + \sqrt{NN_{\text{ф}}}}{\delta^2_{\text{пр}} N^2_{\text{пр}}}; \quad (22)$$

$$t_{\text{ф}} = \frac{N_{\text{ф}} + \sqrt{NN_{\text{ф}}}}{D^2_{\text{пр}}} = \frac{N_{\text{ф}} + \sqrt{NN_{\text{ф}}}}{\delta^2_{\text{пр}} N^2_{\text{пр}}}. \quad (23)$$

Отсюда вытекает соотношение:

$$\frac{t_{\text{ф}}}{t} = \frac{\sqrt{N_{\text{ф}}}}{\sqrt{N}}. \quad (24)$$

Точность измерений и, следовательно, время счета нужно выбирать так, чтобы статистическая ошибка была меньше других ошибок опыта, связанных с измерением веса, объема, расстояния, учета поправок на поглощение и т. д.

Если фон очень мал по сравнению со скоростью счета N , то его вообще можно не учитывать, не допуская при этом заметной ошибки. Нетрудно показать, что фоном можно пренебречь, если:

$$\frac{N_{\text{ф}}}{N} \leq 0,05 \delta \text{ или } N_{\text{ф}} \leq 0,05 D N. \quad (25)$$

Например, при $\delta = 4\%$ и $N = 10\,000$ имп/мин фон можно не учитывать, если $N_{\text{ф}} \leq 20$ имп/мин.

Если фон мал, а именно

$$\frac{N_{\Phi}}{N_{\text{пр}}} < \delta_{\text{пр}}, \quad (26)$$

то $D_{\text{пр}} \approx D_N$ и $\delta_{\text{пр}} \approx \delta$,

а время измерения числа импульсов от препарата с фоном и фона можно определить по формулам (следует из 22):

$$t = \frac{1}{\delta^2 N} \text{ мин}; \quad t_{\Phi} = \sqrt{\frac{N_{\Phi}}{N}} \cdot t \text{ мин} \quad (27)$$

Отсюда получаем простые соотношения между точностью измерений δ и числом набранных импульсов (статистикой) n :

$$n = Nt = \frac{1}{\delta^2}; \quad \delta = \frac{1}{\sqrt{n}} = \frac{1}{\sqrt{Nt}}, \quad (28)$$

что совпадает с формулой (15).

Таким образом, точность измерения тем лучше, чем выше скорость счета N или продолжительнее время измерения t .

Следующая таблица дает значения числа импульсов n , которое необходимо набрать, чтобы получить результат с заданной точностью δ (в предположении, что фон удовлетворяет условию (26)).

$\delta \%$	1	2	3	4	5
$n \text{ имп.}$	10 000	2 500	1 100	625	400

Если фон счетчика, наоборот, очень велик, либо активность препарата крайне мала, так что $\frac{N_{\Phi}}{N} \approx 1$, то можно считать

$$t = t_{\Phi} \text{ и тогда (см. 18): } \delta_{\text{пр}} = \frac{D_{\text{пр}}}{N_{\text{пр}}} = \frac{\sqrt{\frac{N + N_{\Phi}}{t}}}{N_{\text{пр}}} \quad (29)$$

Отсюда получаем для времени измерений следующее выражение:

$$t = t_{\Phi} = \frac{N + N_{\Phi}}{\delta_{\text{пр}}^2 N_{\text{пр}}^2} \quad (30)$$

В упражнении 1 настоящей работы производится проверка правильности работы аппаратуры на основании статистической обработки результатов серии отдельных измерений.

В упражнении 2 и 3 изучается зависимость статистической ошибки (стандартного отклонения $D_{пр}$) от времени измерения препарата и фона, а также выполняются измерения активности с заданной статистической точностью.

Принадлежности: 1. Установка типа Б-2. 2. Счетчик Т-25-БФЛ в свинцовом домике. 3. Урановый препарат. 4. Секундомер. 5. Арифмометр или счетная машина.

Упражнение 1

Проверка правильности работы аппаратуры

При регистрации излучения радиоактивного препарата оказывается полезным проводить сравнение величины ошибки,

вычисленной по формуле (7) $\sigma_p = \pm \sqrt{\frac{\sum \epsilon_i^2}{k(k-1)}}$,

с величиной, рассчитанной по формуле (20),

$$D_N = \pm \sqrt{\frac{N}{kt}}$$

Оба выражения применимы в тех случаях, когда производится серия отдельных измерений некоторой величины, например скорости счета N . Первое из них дает суммарную ошибку опыта, а второе учитывает лишь погрешность, вызванную статистическим характером радиоактивности. При стабильной работе аппаратуры и при отсутствии существенных ошибок, не связанных со статистическим характером распада, величины σ_p и D_N будут иметь близкое значение. Средняя квадратичная ошибка σ_p может быть меньше D_N , что указывает только на хорошую работу аппаратуры и полную воспроизводимость всех условий измерения. Если же $\sigma_p > D_N$, то это указывает на то, что помимо ошибок, обусловленных спецификой радиоактивного распада, на результаты измерений влияют случайные ошибки эксперимента. Допускается завышение σ_p по сравнению с D_N не более, чем в 3 раза. В противном случае следует признать работу аппаратуры неправильной.

Правильность работы установки проверяется также и другим способом. Производят одинаковое число измерений ($k=5-10$) продолжительностью по 1 минуте и по 5 минут. Затем вычисляется средняя квадратичная ошибка результата σ_p для каждой серии измерений. При исправной работе аппа-

ратуры точность измерений должна возрасть (τ_p соответственно уменьшаться) по мере увеличения времени отдельного измерения t .

Выполнение упражнения

1. Установить урановый препарат в плексигласовый столик с таким расчетом, чтобы скорость счета составляла около 500 *имп/мин* (выбрать позицию).

2. Произвести 10 измерений числа импульсов продолжительностью по 0,5 минуты—1 серия.

3. Произвести 10 измерений числа импульсов продолжительностью по 5 минут—2 серия.

4. Обработать результаты измерений в следующем порядке. (В качестве примера в таблице 1 и в последующих пунктах от *a* до *e* приведены результаты измерений и вычисления соответствующих ошибок, взятые из конкретного опыта).

Т а б л и ц а 1

1-я серия.			$t=0,5$ минуты.		$k=64$	
Индекс измерения	Показания (в)	Общее число импульсов n_i	Скорость счета $N_i = \frac{n_i}{t}$	Среднее арифметическое $\bar{N} = \frac{\sum N_i}{k}$	Абсолютная ошибка $\epsilon_i = N_i - \bar{N}$	Квадраты отклонений ϵ_i^2
1	3(52)	244	488	499,0	-11	121
2	3(45)	237	474		-25	625
3	4(17)	273	546		+47	2209
4	4(19)	275	550		+51	2601
5	3(62)	254	508		+9	81
6	4(32)	288	576		+77	5929
7	3(36)	228	456		-43	1849
8	3(38)	230	460		-39	1521
9	3(60)	252	504		+5	25
10	3(22)	214	428		-71	5041
$k=10$			$\sum N_i = 4990$		$\sum \epsilon_i = 0$	$\sum \epsilon_i^2 = 20002$

a. Средняя квадратичная ошибка отдельного измерения скорости счета по формуле (4):

$$\sigma = \pm \sqrt{\frac{\sum \epsilon_i^2}{k-1}} = 47,1 \text{ имп/мин.}$$

б. Все ли измерения принадлежат данному ряду? Для этого нужно проверить выполнение условия $-3\sigma \ll \epsilon_i \ll 3\sigma$

в. Средняя квадратичная ошибка результата (среднего арифметического скорости счета) по формуле (7):

$$\sigma_p = \pm \sqrt{\frac{\sum \varepsilon_i^2}{k(k-1)}} = \frac{\sigma}{\sqrt{k}} = 14,9 \text{ имп/мин.}$$

г. Относительная квадратичная ошибка результата по формуле (10):

$$\delta_p = \frac{\sigma_p}{N} \cdot 100\% = \frac{14,9 \cdot 100\%}{499} \approx 3\%$$

д. Стандартное статистическое отклонение среднего арифметического скорости счета (см. формулу 20):

$$D_N = \pm \sqrt{\frac{N}{kt}} \approx 10 \text{ имп/мин.}$$

е. Относительное статистическое отклонение результата (см. формулу 21):

$$\delta_N = \frac{D_N}{N} \cdot 100\% \approx 2\%$$

ж. Сравнить величины σ_p и D_N и сделать вывод о стабильности работы аппаратуры.

Аналогично обрабатываются результаты II серии измерений ($k=10$, $t=5$ мин). Сравнить значения σ_p , полученные в I и II сериях и объяснить, почему с увеличением времени отдельного измерения σ_p уменьшается (аналогично и для относительных ошибок).

Упражнение 2

Изучение зависимости стандартного статистического отклонения $D_{пр}$ от времени измерения активности препарата вместе с фоном t и фона $t_{ф}$

1. Установить урановый препарат так, чтобы скорость счета составляла ≈ 500 имп/мин.
2. Измерить число импульсов от препарата вместе с фоном в течение 30 секунд, 2 минут и 10 минут.
3. Измерить фон в течение 30 секунд, 2 минут и 10 минут.
4. Результаты измерений занести в таблицу 2 и вычислить соответствующие значения $D_{пр}$ и $\sigma_{пр}$ (см. формулы 16 и 18).
5. На основании полученных данных сделать выводы о влиянии продолжительности измерений t и $t_{ф}$ на точность результата.

t мин	$a(b)$	n	N	t_{ϕ} мин	$a(b)$	n_{ϕ} мин	$\frac{n_{\text{нпк}}/n_{\text{нпн}}}{\Phi_N}$	$N_{\text{нп}} = N - N_{\phi}$ и/или мин	$D_{\text{нп}} = \sqrt{\frac{N \cdot N_{\phi}}{t + t_{\phi}}}$	$\delta_{\text{нп}} = \frac{D_{\text{нп}}}{N_{\text{нп}}} \cdot 100\%$
0,5				0,5 2 10						
2				0,5 2 10						
10				0,5 2 10						

N шт/мин	N_{Φ} шт/мин	N_{np} шт/мин
$\frac{d\mu}{N} \Phi$	$\frac{d\mu}{N} \Phi$	$\frac{d\mu}{N} \Phi$
N_{Φ} шт/мин	N_{Φ} шт/мин	N_{Φ} шт/мин
N_{np} шт/мин	N_{np} шт/мин	N_{np} шт/мин

Упражнение 3

Измерение активности уранового препарата с заданной статистической точностью $\delta_{\text{пр}}$ ($\delta_{\text{пр}} = 0,01$)

1. Урановый препарат установить так, чтобы скорость счета составляла ≈ 1000 имп/мин.

2. Предварительно измерить в течение 1 минуты значения N и $N_{\text{ф}}$ и определить $N_{\text{пр}}$.

3. Рассчитать время измерения активности препарата вместе с фоном t и время измерения фона $t_{\text{ф}}$, причем, если $\frac{N_{\text{ф}}}{N_{\text{пр}}} \ll \delta_{\text{пр}}$, то следует пользоваться формулами (27):

$$t = \frac{1}{\delta_{\text{пр}}^2 N_{\text{пр}}} = \frac{1}{\delta_{\text{пр}}^2 N},$$

а фон измерять в течение 1 минуты;

если же $\frac{N_{\text{ф}}}{N_{\text{пр}}} \gg \delta_{\text{пр}}$, то оптимальное время t рассчитывается по формуле (22):

$$t = \frac{N + \sqrt{NN_{\text{ф}}}}{\delta_{\text{пр}}^2 N^2}, \quad \text{а } t_{\text{ф}} = \sqrt{\frac{N_{\text{ф}}}{N}} \cdot t$$

Полученные значения t и $t_{\text{ф}}$ следует округлить до целых минут в большую сторону.

4. Измерить число импульсов от препарата вместе с фоном n в течение выбранного времени t . Измерить фон $p_{\text{ф}}$ в течение времени $t_{\text{ф}}$. Определить точное значение $N_{\text{пр}}$, вычислить стандартное отклонение $D_{\text{пр}}$ и относительную ошибку $\delta_{\text{пр}}$. Сравнить полученное значение $\delta_{\text{пр}}$ с заданной точностью.

5. Результаты заносятся в протокол (табл. 3).

Крестиками отмечены данные, необходимые для окончательных вычислений. По данным таблицы 3 находят:

$$D_{\text{пр}} = \sqrt{\frac{N}{t_{\text{окр}}} + \frac{N_{\text{ф}}}{t_{\text{окр}}}} = \dots \dots \dots \text{имп/мин.}$$

$$\delta_{\text{пр}} = \frac{D_{\text{пр}}}{N_{\text{пр}}} = \dots \dots \dots$$

Окончательный результат:

$$N_{\text{пр}} = \dots \dots \dots \pm \dots \dots \dots \text{имп/мин.}$$

ЛИТЕРАТУРА

1. Г. Фридлендер и Дж. Кеннеди «Введение в радиохимию» г. XI. ИЛ, Москва, 1952.
2. К. П. Яковлев. Математическая обработка результатов измерений, гл. IV, V. ГИТТЛ, Москва, 1953.
3. В. Бочкарев и др. Измерение активности источников бета- и гамма-излучений, стр. 92. Изд-во АН СССР, Москва 1953 г.

ОГЛАВЛЕНИЕ

ПРЕДИСЛОВИЕ	3
Работа № 1. Установка типа Б-2 для измерения радиоактивности при помощи газоразрядных счетчиков частиц	5
Работа № 2. Изучение работы счетчиков ионизирующих частиц	19
Работа № 3. Счетная характеристика самогасящегося счетчика. Фон. Эталон	34
Работа № 4. Изучение счетчиков разных типов	47
Работа № 5. Определение «мертвого» времени счетчика. Учет по- правки на мертвое время	57
Работа № 6. Изучение зависимости результатов измерения на тор- цовом счетчике от геометрических условий	68
Работа № 7. Статистические ошибки измерений	79

Цена 3 руб.

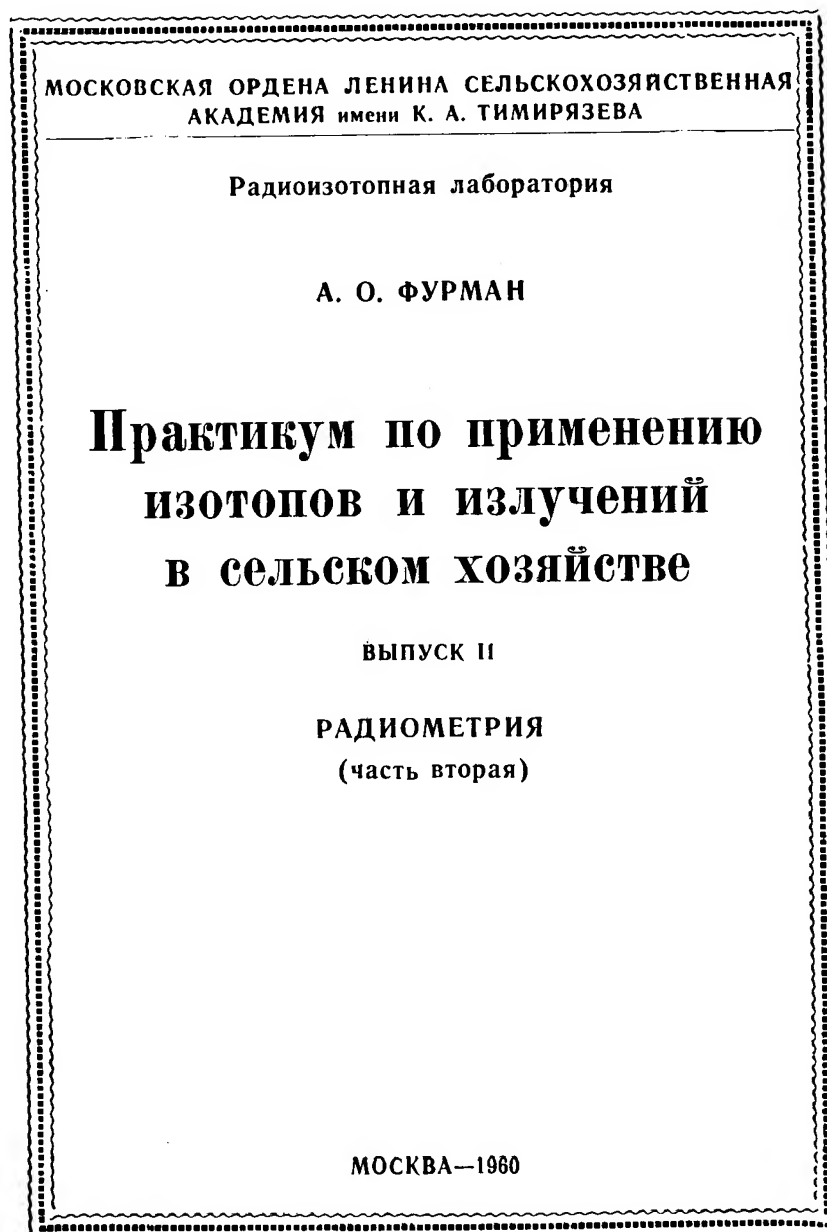
Л 36397 27/XI--59 г. Объем 6 н. л. Тип. ТСХА. Зак. 1253. Тир. 2000.

О П Е Ч А Т К И

Стр.	Строка	Напечатано	Должно быть
24	4 снизу	$e^{-\frac{1}{Rc}}$	$e^{-\frac{1}{Rc}}$
24	1 снизу	10^{-4}	10^{-4}
27	1 сверху	10^{-2}	10^{-2}
37	9 снизу	оправданным	оправданным
44	14 снизу	пропущена строка	графике по обе стороны каждой точки нужно отложить вели-
51	Рис. 17		перевернуть рисунок
63	24 сверху	мертового	мертвого
67	4 сверху	а) Пользуясь	Пользуясь
90	14 сверху	$D_{\bar{N}} = \pm \sqrt{\frac{\bar{N}}{kt}}$	$D_{\bar{N}} = \pm \sqrt{\frac{\bar{N}}{kt}}$

Sanitized Copy Approved for Release 2011/01/24 : CIA-RDP80T00246A057500110001-1

Цена 3 руб.



МОСКОВСКАЯ ОРДЕНА ЛЕНИНА СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННАЯ
АКАДЕМИЯ имени К. А. ТИМИРЯЗЕВА

Радиоизотопная лаборатория

А. О. ФУРМАН

П Р А К Т И К У М
ПО ПРИМЕНЕНИЮ ИЗОТОПОВ
И ИЗЛУЧЕНИЙ В СЕЛЬСКОМ
ХОЗЯЙСТВЕ

ВЫПУСК II
РАДИОМЕТРИЯ
(часть вторая)

Под общей редакцией
доктора химических наук
В. В. РАЧИНСКОГО

МОСКВА—1960

РАБОТА № 8

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЕРИОДА ПОЛУРАСПАДА РАДИОАКТИВНОГО ИЗОТОПА

Закон радиоактивного распада. Радиоактивный распад атомных ядер происходит самопроизвольно и приводит к непрерывному уменьшению числа атомов исходного радиоактивного изотопа и накоплению атомов продукта распада.

При радиоактивном распаде проявляется общая закономерность, состоящая в том, что количество атомов данного радиоактивного изотопа, распадающихся в единицу времени, всегда составляет определенную, характерную для данного изотопа долю от полного числа еще не распавшихся атомов. Это связано с тем, что вероятность распада отдельного атома радиоактивного изотопа за промежуток времени Δt не зависит от условий, в которых атом находился ранее и находится в настоящее время, и для достаточно малых отрезков времени пропорциональна Δt . Поэтому число атомов ΔN , претерпевших распад за малый промежуток времени Δt , пропорционально общему числу нераспавшихся радиоактивных атомов N и величине интервала Δt . Этот закон математически может быть представлен в виде соотношения:

$$-\Delta N = \lambda N \Delta t \quad (1)$$

Знак минус указывает, что число радиоактивных атомов N убывает.

Коэффициент пропорциональности λ носит название постоянной распада и является константой, характерной для данного радиоактивного изотопа. Закон радиоактивного распада обычно записывают в виде дифференциального уравнения

$$-\frac{dN}{dt} = \lambda N, \quad (2)$$

предполагая при этом, что за время dt распадается небольшая часть общего числа радиоактивных атомов.

Величина $\frac{dN}{dt}$ — есть абсолютная скорость распада атомов (ядер) радиоактивного изотопа и называется активностью (см. ниже).

Из уравнения (2) следует, что $\lambda = -\frac{dN}{dt} \cdot \frac{1}{N}$ есть уменьшение числа нераспавшихся атомов за единицу времени, отнесенное к общему числу нераспавшихся атомов, или доля радиоактивных атомов, распадающихся в единицу времени.

Постоянная распада λ имеет размерность обратного времени и выражается в сек^{-1} . Чем больше λ , тем быстрее происходит распад радиоактивных атомов, т. е. λ характеризует относительную скорость распада для каждого радиоактивного изотопа.

Число атомов, распадающихся в единицу времени, непрерывно уменьшается по мере уменьшения числа нераспавшихся атомов радиоактивного изотопа.

Итак, закон радиоактивного распада (уравнение 2) может быть сформулирован следующим образом: число атомов (ядер) dN , распадающихся за бесконечно малый промежуток времени dt , пропорционально числу атомов N , имеющихся налицо в момент времени t .

Величина, обратная константе распада, $\tau = \frac{1}{\lambda}$ называется средней продолжительностью жизни атомов данного радиоактивного изотопа. Поэтому закон радиоактивного распада можно выразить и так: средняя продолжительность жизни атомов есть величина постоянная для данного радиоизотопа.

На практике удобнее пользоваться интегральной формой закона радиоактивного распада. Если в уравнении (2) разделить переменные и произвести интегрирование в пределах от N_0 до N_t и от 0 до t , то будем иметь:

$$\int_{N_0}^{N_t} \frac{dN}{N} = -\lambda \int_0^t dt, \text{ что дает } -\ln \frac{N_t}{N_0} = -\lambda t$$

и окончательно $N_t = N_0 e^{-\lambda t}$. (3)

Здесь N_0 —число атомов радиоактивного изотопа в начальный момент времени $t=0$, а N_t —число таких атомов, оставшихся к моменту времени t . Полученное уравнение является одним из самых важных уравнений прикладной ядерной физики. Зная (из таблиц) постоянную распада λ , можно по формуле (3) определить число радиоактивных атомов N_t для любого момента времени t .

Период полураспада. Для характеристики радиоактивного распада часто вместо λ пользуются другой величиной—периодом полураспада $T_{1/2}$. Период полураспада—это время, в течение которого в среднем распадается половина всех атомов данного радиоактивного вещества.

Полагая в формуле (3) $t=T_{1/2}$ и, соответственно, $N_t = \frac{N_0}{2}$,

$$\text{получим: } \frac{N_0}{2} = N_0 e^{-\lambda T_{1/2}} \text{ или } \frac{1}{2} = e^{-\lambda T_{1/2}}.$$

Логарифмируя обе части последнего равенства, будем иметь $\ln \frac{1}{2} = -\lambda T_{1/2}$, а отсюда:

$$T_{1/2} = \frac{\ln 2}{\lambda} = \frac{0,693}{\lambda} \quad (4)$$

Закон радиоактивного распада можно теперь переписать в виде:

$$N_t = N_0 e^{-\frac{0,693 t}{T_{1/2}}} \quad (5)$$

Из этой формулы следует, что чем больше период полураспада $T_{1/2}$, тем медленнее происходит радиоактивный распад. Периоды полураспада характеризуют степень стабильности радиоактивного ядра и для разных изотопов меняются в широких пределах, напр., от $6 \cdot 10^{14}$ лет у In^{115} до $3 \cdot 10^{-7}$ сек. у ThC' . Для некоторых биологически важных радиоизотопов периоды полураспада $T_{1/2}$ имеют следующие значения: C^{14} —5720 лет, S^{35} —87,1 дня, Ca^{45} —163 дня, P^{32} —14,3 дня, K^{40} — $1,3 \cdot 10^9$ лет, Na^{24} —15,1 часа, Co^{60} —5,3 года, J^{131} —8,14 дня, Mn^{56} —2,57 часа, H^3 —12,4 года.

Если выражать время в долях периода полураспада $t = m T_{1/2}$, то, очевидно, имеет место соотношение:

$$\frac{N_m T_{1/2}}{N_0} = \frac{1}{2^m} \quad (6)$$

Так, например, если прошло два периода полураспада ($m=2$), то число радиоактивных атомов уменьшится в 4 раза. Если $t=10T_{1/2}$ ($m=10$), то $\frac{N_{10T_{1/2}}}{N_0} = \frac{1}{2^{10}} = \frac{1}{1024}$, т. е. оставшаяся радиоактивность будет составлять менее 0,1% от исходной. Обычно считают, что за такой промежуток времени радиоактивный изотоп распадается практически полностью.

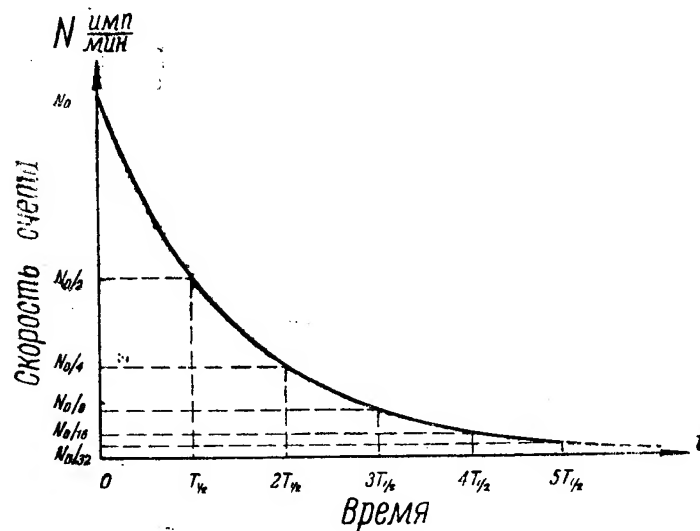


Рис. 28. Кривая радиоактивного распада

На рис. 28 изображена кривая распада радиоактивного изотопа. По горизонтальной оси отложено время (в периодах полураспада), по вертикальной оси — скорость счета N имп/мин радиоактивного препарата — величина, пропорциональная количеству радиоактивных атомов N (см. ниже).

Кривая, изображенная на рис. 28, является экспонентой (см. формулы 3 и 5) и асимптотически приближается к оси времени, никогда не пересекая ее. При $t=T_{1/2}$ скорость счета N (или количество радиоактивных атомов N) уменьшается наполовину, при $t=2T_{1/2}$ — в четыре раза, при $t=3T_{1/2}$ — в 8 раз, при $t=mT_{1/2}$ — в 2^m раз.

Активность и скорость счета. При работе с радиоактивными препаратами экспериментатор, регистрируя ядерные излучения, измеряет не число радиоактивных атомов, содержащихся в препарате, а число распадов в единицу времени. Мера количества радиоактивного вещества, выражаемая числом радиоактивных превращений в единицу времени, называется активностью этого вещества. Как указывалось выше, активность есть абсолютная скорость распада ядер атомов радиоактивного изотопа $A = -\frac{dN}{dt}$. На основании (2) имеем:

$$A = \lambda N \quad (7)$$

Следовательно, активность препарата прямо пропорциональна числу содержащихся в нем радиоактивных атомов N , т. е. количеству радиоактивного вещества. С другой стороны, для различных радионуклидов активность тем больше, чем больше постоянная распада λ (меньше период полураспада).

Активность измеряется в единицах радиоактивности — *кюри*. По определению 1 кюри — это количество радиоактивного вещества, в котором происходит $3,7 \cdot 10^{10}$ распадов в 1 сек. Наряду с *кюри* употребляются также и единицы, производные от кюри: в тысячу раз меньшая — *милликюри* (мкюри), в миллион раз меньшая — *микрокюри* (мккюри), а также единица радиоактивности — *резерфорд*.

Таким образом: 1 кюри = $3,7 \cdot 10^{10}$ распадов/сек
 1 мкюри = $3,7 \cdot 10^7$ »
 1 мккюри = $3,7 \cdot 10^4$ »
 1 резерфорд = $1 \cdot 10^6$ »

Активность источников, применяемых в лабораторной практике, заключена обычно в пределах от долей микрокюри до нескольких милликюри.

Убыль активности радиоактивного источника с течением времени подчиняется основному закону радиоактивного распада. Действительно, умножая почленно выражение (3) на λ и учитывая (7), получим:

$$A_t = A_0 e^{-\lambda t} \quad (8)$$

Как указывалось ранее (см. часть I, раб. № 1, 6), при работе со счетчиками частиц активность препарата (абсолютное число распадов в единицу времени) непосредственно не

определяется. Измеряемой величиной в этом случае является скорость счета N , выражаемая в импульсах в минуту*.

Скорость счета связана с активностью препарата простой зависимостью:

$$N = \phi A = \phi \lambda N, \quad (9)$$

где λ выражена в мин^{-1} . Коэффициент ϕ означает эффективность счета (см. ч. I описание работы № 4) и называется иногда коэффициентом счетности.

Напомним, что эффективность счета ϕ зависит от типа и энергии исследуемого излучения, геометрических условий опыта, типа счетчика и регистрирующей аппаратуры, эффектов поглощения и рассеяния излучения и других факторов, влияющих на результаты измерения (работы №№ 4 и 6). Если ϕ не меняется (постоянство условий измерений), то изменение во времени скорости счета радиоактивного препарата также должно подчиняться закону радиоактивного распада

$$N_t = N_0 e^{-\lambda t}, \quad (10)$$

где N_0 и N_t — скорости счета для соответствующих моментов времени. Эту зависимость мы наблюдаем на опыте (см. рис. 28). Итак, закон радиоактивного распада одинаково справедлив для изменения количества радиоактивных атомов N , активности источника A и скорости счета N :

$$\frac{N_t}{N_0} = \frac{A_t}{A_0} = \frac{N_t}{N_0} = e^{-\lambda t}. \quad (11)$$

Определение периода полураспада $T_{1/2}$ по уменьшению скорости счета N . Пользуясь выражением (10), можно экспериментально определить постоянную распада λ и период полураспада $T_{1/2}$ исследуемого изотопа. Логарифмируя обе части уравнения (10), получаем:

$$\ln N_t = \ln N_0 - \lambda t \quad (12)$$

Если построить график в полулогарифмическом масштабе, откладывая по оси абсцисс время t , а по оси ординат — натуральные логарифмы скорости счета $\ln N_t$, то в указанных координатах эта зависимость изобразится прямой линией, угловой коэффициент которой (наклон к оси абсцисс) $\text{tg} \alpha = \lambda$.

* Мы обозначаем скорость счета прямой буквой N , а число радиоактивных атомов — косой буквой N .

Рис. 29 иллюстрирует метод определения постоянной распада радиоактивного изотопа. Для экспериментального определения λ необходимо установить источник в стандартной позиции относительно счетчика и измерить скорости счета N_t в разные моменты времени t . По опытным данным затем строят график в координатах $(t, \ln N_t)$ или $(t, \lg N_t)$. На рис. 29 экспериментальные точки отмечены кружками. В силу статистического характера радиоактивного распада, а также

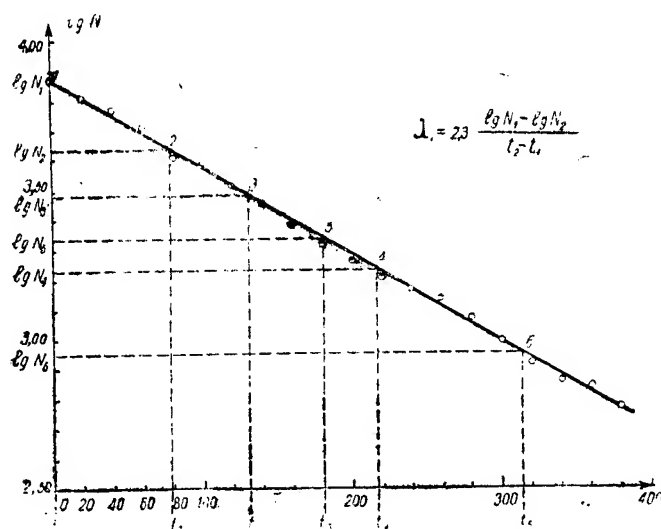


Рис. 29. К определению постоянной распада λ радиоактивного изотопа. График построен в полулогарифмическом масштабе: по горизонтальной оси — время, по вертикальной оси — десятичный логарифм скорости счета.

случайных ошибок измерений, точки оказываются разбросанными вокруг истинных значений скоростей счета. По экспериментальным точкам строится прямая, причем наиболее объективные результаты такого построения могут быть получены при помощи метода наименьших квадратов. Здесь мы не останавливаемся на этом общезвестном методе, описанном в математических справочниках и руководствах по обработке экспериментальных данных. Взяв на полученной прямой две точки, соответствующие моментам времени t_1 и t_2 , определяют постоянную распада по формуле:

$$\lambda = \frac{\ln N_1 - \ln N_2}{t_2 - t_1}, \quad (13)$$

которая следует из ф-лы (12), если заменить N_0 и N_1 через N_1 и N_2 и учесть, что $t = t_2 - t_1$. Можно взять две любые точки (с индексами i и k) на прямой и по их координатам найти λ , пользуясь общей формулой:

$$\lambda = \frac{\ln N_i - \ln N_k}{t_k - t_i} \quad (14)$$

Поскольку чаще имеют дело с таблицами десятичных логарифмов, а не натуральных то, учитывая, что $\ln x = 2,302 \lg x$, получаем следующее выражение для определения постоянной распада:

$$\lambda = 2,302 \frac{\lg N_i - \lg N_k}{t_k - t_i} \quad (15)$$

Если время выражено в минутах, то λ получим в мин^{-1} . Период полураспада $T_{1/2}$ находят затем, пользуясь соотношением (4).

Для непосредственного определения $T_{1/2}$ можно использовать и другой прием, а именно: найти отрезок оси абсцисс, соответствующий уменьшению скорости счета вдвое. Для этого от произвольной точки на оси ординат ($\lg N$) следует отложить величину $\lg 2 = 0,3010$, и тогда проекция полученного отрезка на ось времени даст, по определению, период полураспада $T_{1/2}$.

Чтобы повысить точность графического определения λ и $T_{1/2}$, берут на графике несколько пар точек (см. рис. 29) и определяют для каждой пары соответствующее значение λ по формуле (15). На графике рис. 29 выбраны 6 точек, которые можно разбить на любые три пары и, получив для каждой

пары значение λ , найти среднюю величину $\lambda_{\text{ср}} = \frac{\lambda_1 + \lambda_2 + \lambda_3}{3}$.

Полученное значение $\lambda_{\text{ср}}$ подставляют затем в соотношение (4) и определяют $T_{1/2}$, указывая соответствующую ошибку.

При выполнении настоящей работы (см. ниже) следует определять λ вышеуказанным способом (беря три пары точек на экспериментальной прямой).

В опытах по изучению характеристик распада необходимо правильно выбрать время отдельного измерения. Для получения достоверных отсчетов требуется достаточное время, чтобы зарегистрировать большое число частиц и получить

удовлетворительную точность измерения (см. работу № 7). С другой стороны, отдельные отсчеты нужно производить достаточно быстро, чтобы активность препарата практически оставалась неизменной в течение времени отдельного измерения. Общее время наблюдения процесса распада должно обеспечивать заметное уменьшение активности и быть

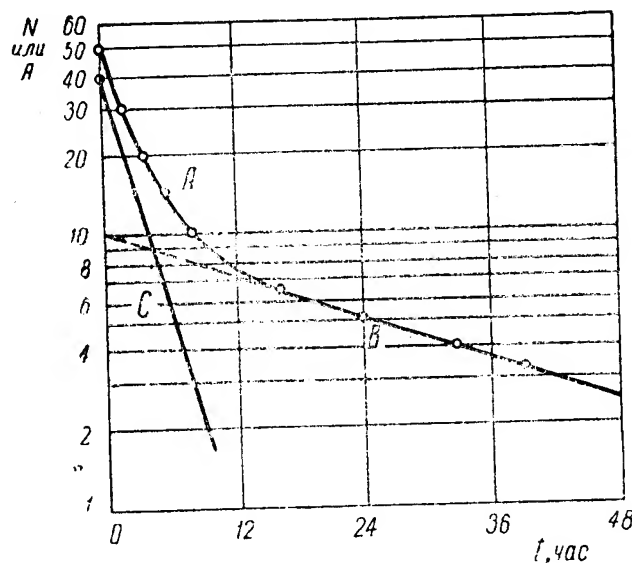


Рис. 30. Сложная кривая распада двухкомпонентной смеси изотопов — А. Долгоживущая компонента (λ_2) — В; короткоживущая компонента (λ_1) — С; $\lambda_1 \gg \lambda_2$. Пунктир — экстраполированный участок прямой В. График построен в полупологарифмическом масштабе: по оси абсцисс — время, по оси ординат — скорость счета N или активность A .

сравнимым с величиной периода полураспада или превосходить ее. Поэтому описанный метод оказывается негодным в тех случаях, когда период полураспада либо очень велик (измеряется годами), либо очень мал (измеряется секундами).

Если в полупологарифмическом масштабе вместо прямой линии получается кривая, то это свидетельствует о наличии в препарате более чем одного радиоактивного изотопа (с разными периодами полураспада) — см. рис. 30.

В случае смеси двух независимо распадающихся изотопов, периоды полураспада которых различны, изменение общей активности препарата (скорости счета) в зависимости от времени подчиняется уравнению:

$$N = N_1 + N_2 = N_{01} \cdot e^{-\lambda_1 t} + N_{02} \cdot e^{-\lambda_2 t}, \quad (16)$$

где N_{01} и N_{02} — скорости счета, обусловленные распадом каждого из изотопов при $t=0$. При достаточно больших значениях t одно из слагаемых становится практически равным нулю. В этом случае, как видно из рис. 30, кривая А переходит в прямую В, наклон которой соответствует постоянной распада λ_2 компоненты с большей продолжительностью жизни.

Экстраполируя прямую В к $t=0$, находят на графике значения $N_2 = N_{02} \cdot e^{-\lambda_2 t}$ долгоживущего изотопа для нескольких моментов времени t . Разности $N - N_{02} \cdot e^{-\lambda_2 t} = N_{01} \cdot e^{-\lambda_1 t}$ соответствующие убыли активности одной короткоживущей компоненты, снова наносят на полулгарифмический график и получают прямую С, тангенс угла наклона которой соответствует значению λ_1 . Таким образом производят анализ двухкомпонентной системы, который часто применяется для определения чистоты радиоактивного изотопа (степени его загрязнения другим изотопом). Если число радиоактивных изотопов больше трех, то подобная обработка кривой распада делается весьма затруднительной. Даже двухкомпонентные системы не поддаются надежному разделению, если периоды полураспада отдельных компонент отличаются менее, чем вдвое. Кривая распада, приведенная на рис. 30, соответствует системе из двух радиоизотопов, периоды полураспада которых отличаются примерно в 10 раз.

Поправка на радиоактивный распад. При проведении биологических работ с радиоактивными изотопами весьма существенным является факт изменения активности источника (и, следовательно, скорости счета) с течением времени.

Это обстоятельство должно учитываться при определении количества радиоактивного вещества, подлежащего введению в почву, в питательный раствор, в удобрения при постановке длительных вегетационных опытов, при обработке результатов опыта по определению содержания меченого элемента в различных органах растения и животного и т. п. Вся программа исследования, начиная с момента получения радиоизотопа и кончая измерениями активности исследуемых объектов, дол-

жна быть спланирована во времени с учетом периода полураспада применяемого изотопа.

Для решения этих вопросов нужно знать соответствующие значения поправок на радиоактивный распад K_λ .

Поправка на распад указывает, на какую величину надо умножить результат измерения активности (скорости счета), чтобы получить исходную активность. Из уравнения (11) следует, что

$$K_\lambda = \frac{A_0}{A_t} = \frac{N_0}{N_t} = e^{\lambda t} \quad (17)$$

Таким образом, величина $e^{\lambda t} = K_\lambda$ показывает, во сколько раз N_0 больше N_t . Очевидно, что K_λ всегда положительно и больше 1. Если известен период полураспада применяемого радиоизотопа, то поправку на распад, очевидно, следует вычислять по формуле:

$$K_\lambda = e^{\frac{0,693}{T_{1/2}} t} \quad (18)$$

Необходимость введения поправки на распад особенно выступает при $t \geq T_{1/2}$, т. е. когда продолжительность опыта сравнима с периодом полураспада или больше его. Если по характеру исследования требуется измерять активность проб в разные моменты времени (например, в разные сроки вегетации), то результаты каждого измерения следует привести к начальному моменту времени. Иначе говоря, скорости счета N_1, N_2, \dots, N_n , отвечающие моментам времени t_1, t_2, \dots, t_n , нужно умножить на соответствующие значения $K_1 = e^{\lambda t_1}$, $K_2 = e^{\lambda t_2}$, $K_n = e^{\lambda t_n}$. Полученные величины $N_{10}, N_{20}, \dots, N_{n0}$ дают возможность судить об истинном содержании меченого элемента в исследуемых пробах.

Вычисление поправки на распад можно производить по ф-ле (18), пользуясь таблицей экспоненциальной функции e^x , имеющейся в математических справочниках (в данном практике такие таблицы выдаются каждому практиканту). При этом сначала определяют отношение $\frac{t}{T_{1/2}}$, затем вычисляют значение показателя степени $x = 0,693 \frac{t}{T_{1/2}}$, и наконец, по таблице находят значение поправки $K_\lambda = e^x$.

В некоторых руководствах по применению метода меченых атомов (см. например [1]) приведены таблицы поправок на радиоактивный распад для разных значений отношения $\frac{t}{T_{1/2}}$. Пользование такими таблицами значительно сокращает время на вычисления.

В качестве примера решим практическую задачу, связанную с учетом поправки на распад.

Задача. Какой исходной активностью (скоростью счета в импульсах/мин) должен обладать препарат радиоактивного фосфора P^{32} с тем, чтобы через два месяца скорость счета при измерении препарата составляла не менее 100 импульсов в минуту?

Решение: Период полураспада P^{32} равен 14,3 дня. Отношение $\frac{t}{T_{1/2}} = \frac{60 \text{ дн.}}{14,3 \text{ дн.}} = 4,196 \approx 4,2$

Показатель степени $x = 0,693 \cdot 4,2 = 2,91$.

По таблице функции e^x находим $K_\lambda = e^{2,91} = 18,35$. Отсюда, исходная скорость счета при внесении радиоактивного фосфора в препарат должна быть не менее:

$$N_0 = N_t \cdot K_\lambda = 100 \text{ имп/мин} \cdot 18,35 = 1835 \text{ имп/мин.}$$

Если за время опыта активность источника существенно не меняется (непродолжительный опыт или очень большой период полураспада радиоизотопа), то поправку на распад вводить не нужно. Расчеты показывают, что при $\frac{t}{T_{1/2}} \leq 0,02$ поправка на распад $K_\lambda \leq 1,01$. В этом случае можно не вводить поправку, так как погрешность, допускаемая при этом (1%), лежит в пределах точности большинства биологических исследований. При $\frac{t}{T_{1/2}} = 0,05$, $K_\lambda = 1,03$, и здесь также можно не учитывать уменьшения активности, если точность 3% является достаточной для опыта. Например, если в случае P^{32} требуемая точность результата составляет 3%, поправку на распад следует вводить по истечении $t = 0,72$ дн. с момента начала опыта. Для изотопа C^{14} ($T_{1/2} = 5700$ лет) соответствующее время составляет 285 лет. Поэтому в экспериментах с радиоуглеродом не интересуются поправкой на распад (за исключением работ по определению возраста древесных пород, археологических исследований и т. п.).

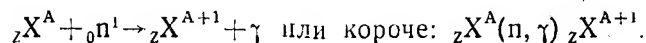
Принадлежности:

1. Установка типа Б-2.
2. Торцовый счетчик Т-25-БФЛ в свинцовом домике.
3. Радиоактивный препарат в плексигласовой подставке.
4. Часы, секундомер.
5. Миллиметровая бумага, таблицы логарифмов, таблицы e^x и e^{-x} .

Упражнение 1

Определение периода полураспада радиоактивного изотопа

В настоящей работе используется радиоактивный изотоп со сравнительно коротким периодом полураспада, т. к. для достаточно точного определения $T_{1/2}$ необходимо иметь значительное уменьшение активности образца за время выполнения работы. Для этой цели удобно самим получить радиоактивный изотоп с подходящим периодом полураспада путем облучения нейтронами стабильного изотопа того же химического элемента. Как известно, большинство изотопов различных химических элементов под действием медленных нейтронов (тепловых нейтронов) активируются, т. е. превращаются в радиоактивные изотопы того же элемента с массовым числом, на единицу большим, чем у исходного изотопа. Этот процесс активации происходит в результате ядерной реакции радиационного захвата, которую обычно записывают в виде:



Символом X здесь обозначается данный химический элемент. В результате захвата ядром теплового нейтрона образуется новое ядро, которое преимущественно является радиоактивным, и испускается γ -квант, уносящий избыток энергии. Изотопы различных химических элементов (нуклиды) обладают разной вероятностью захвата теплового нейтрона или, как говорят, эффективным сечением активации.

В зависимости от величины эффективного сечения будет различный выход активированного изотопа. Целый ряд искусственно радиоактивных изотопов получается методом активации в ядерном реакторе (например, получение Co^{60} по реакции $Co^{59}(p, \gamma) Co^{60}$).

В лабораторных условиях источником нейтронов может служить радио-бериллиевый источник, представляющий собой ампулу со смесью соли радия с порошком бериллия. Такой источник испускает быстрые нейтроны по реакции

$\text{Be}^9(\alpha, n)\text{C}^{12}$, в результате которой образуется $\sim 10^7$ нейтронов в 1 сек. на 1 г Ra с энергиями от 2 до 12 мэв. Для получения тепловых нейтронов (Ra- α -Be)—источник помещают в парафиновый блок, ибо известно, что парафин обладает высоким содержанием атомов водорода и поэтому весьма эффективно замедляет нейтроны до тепловых энергий ($\sim 0,025$ эв). Получение радиоизотопа путем активации не входит в задачу практикантов данного курса. Эту работу выполняют сотрудники лаборатории непосредственно перед занятием по определению периода полураспада (или накануне).

Выполнение работы

Выполняют обычные операции подготовки установки Б-2 к работе (см. часть 1): включение, прогрев, подача рабочего напряжения на счетчик. Затем приступают к измерениям эталона и фона в течение 5 минут. Результаты записывают в отдельный протокол (см. ч. 1, работу № 3). Скорость счета фона N_f должна учитываться при обработке результатов данного упражнения.

Препарат, содержащий радиоактивный изотоп, полученный методом активации, помещают в углубление плексигласовой подставки и устанавливают на 2-ю или 3-ю позиции столика для образцов. Перед измерениями нужно заготовить таблицу (см. таблицу 1), которую заполняют по мере получения опытных данных. Все расчеты и заполнение таблицы целесообразно производить во время экспозиции и в промежутках между двумя экспозициями.

Измерения проводят через каждые 20 минут, продолжительность измерений—5 минут, пауза—15 минут. Работу можно прекратить, когда начальная скорость счета снизится не менее, чем в 4 раза.

После окончания измерений убирают препарат и сдают его лаборанту. Строят на миллиметровой бумаге график зависимости $\lg N_{\text{пр}}$ от относительного времени t . По горизонтальной оси откладывают время t в масштабе: 1 см—20 минут, по вертикальной оси—величину $\lg N_{\text{пр}}$ в масштабе: 10 см—1 единица характеристики.

По экспериментальным данным проводят прямую, стараясь максимально приблизить ее ко всем точкам. (Чтобы точнее провести прямую, можно воспользоваться методом наименьших квадратов [3, 4]). Постоянную распада λ определяют для трех пар точек, произвольно взятых на прямой.

Таблица 1

Определение периода полураспада радиоактивного изотопа

Дата _____ Установка Б-2 № _____ Счетчик Т-25-БФЛ. Рабочее напряжение $V_p =$ _____ вольт.

Исследуемый препарат на позиции № _____ $k=64$. Фон $N_{\Phi} =$ _____ и.м./мин		Общее число от- счетов		Скорость счета N и.м./мин	С учетом по- правки на мерт- вое время N_0 и.м./мин	С учетом фона $N_{np} = N_0 - N_{\Phi}$ и.м./мин	$\lg N_{np}$	Статистическая ошибка $D_{np} = \sqrt{\frac{N + N_{\Phi}}{\Delta t}}$
№ п/п	Астрономиче- ское время начала экс- позиции	Относитель- ное время начала экс- позиции t	Время экс- позиции Δt , мин.	а (в)	п и.м.			
1	10 ч. 20 м.	0	5					
2	10 ч. 40 м.	20 мин.	»					
3	11 ч. 00 м.	40 мин.	»					
.	.	.	.					
.	.	.	.					
.	.	.	.					

ном графике (см. рис. 29), пользуясь формулой (15). Затем определяют среднее значение $\lambda_{\text{ср}}$ и, наконец, период полураспада из соотношения: $T_{1/2} = \frac{0,693}{\lambda_{\text{ср}}}$.

Найденные значения $\lambda_{\text{ср}}$ и $T_{1/2}$ записывают под таблицей и на графике.

Для проверки правильности расчетов можно грубо определить период полураспада $T_{1/2}$, отложив от начальной точки на оси ординат отрезок, равный $\lg 2 = 0,301$, и проектируя его на ось t .

По величине периода полураспада определить, какой изотоп был взят для работы.

Упражнение 2

Задача по определению поправок на радиоактивный распад

Исходный раствор, содержащий меченый фосфат, был внесен в вегетационный сосуд, в котором производился опыт с растением, выращенным в условиях водной культуры. Перед внесением радиоактивного раствора в питательную смесь было установлено (путем измерения активности стандартной навески сухого растительного вещества, содержащего этот меченый фосфор), что 1 мг P_2O_5 используемого фосфата соответствует скорости счета $N_0 = 10000$ импульсов в минуту при строго определенном положении препарата относительно счетчика. Это измерение было проведено 1 апреля в 8 час. утра.

19 апреля в 8 час. утра были взяты пробы и оказалось, что навески в 0,1 г сухого вещества, измеренные в тех же условиях, дают скорость счета (сверх фона) соответственно: стебли — 320 имп/мин, листья — 520 имп/мин, завязи и цветы — 1120 имп/мин, корни — 800 имп/мин.

29 апреля в 22 часа 24 минуты были исследованы плоды, причем скорость счета при измерении такой же навески сухого вещества составляла 1000 имп/мин.

Сколько миллиграммов P_2O_5 поступило в 1 г перечисленных органов растения к моменту их исследования?

Указание. При решении задачи нужно пользоваться таблицами функции e^x . Период полураспада P^{32} равен 14,3 дня.

ЛИТЕРАТУРА

1. «Метод меченых атомов в биологии» под редакцией А. М. Кузина, Издание Московского университета, 1955 г.
 2. С. М. Райский и В. Ф. Смирнов, «Физические основы метода радиоактивных индикаторов» ГИТТЛ, Москва, 1956.
 3. И. Н. Бронштейн и К. А. Семендяев, «Справочник по математике», стр. 513. ГИТТЛ, Москва—Ленинград, 1945.
 4. Г. Фридлендер и Дж. Кеннеди, Введение в радиохимию, главы I, V. ИЛ, Москва, 1952.
-

РАБОТА № 9
ИЗУЧЕНИЕ ПОГЛОЩЕНИЯ БЕТА-ЧАСТИЦ
В ВЕЩЕСТВЕ
ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЭФФИЦИЕНТОВ ПОГЛОЩЕНИЯ
БЕТА-ИЗЛУЧЕНИЯ P^{32} И S^{35}

Введение. В биологических и сельскохозяйственных исследованиях с применением радиоактивных изотопов широко используются бета- и гамма-излучения и значительно реже — альфа-излучение. Это объясняется как отсутствием альфа-радиоактивных изотопов у большинства биологически важных химических элементов, так и малой проникающей способностью альфа-частиц, что затрудняет их регистрацию.

Радиоизотопы, испускающие бета-частицы, могут быть получены искусственно (в ядерных реакторах или на ускорителях заряженных частиц) почти для всех химических элементов, играющих существенную роль в жизни растений и животных, в том числе для водорода (H^3), углерода (C^{14}), натрия (Na^{24}), калия (K^{42}), фосфора (P^{32}), серы (S^{35}), кальция (Ca^{45}) и т. д.

Бета-активные изотопы применяются преимущественно в методе меченых атомов, как индикаторы, позволяющие следить за «судьбой» изучаемых химических элементов и их соединений. Они также используются на практике в качестве источников излучений в методах, основанных на взаимодействии бета-частиц с веществом.

Гамма-излучение, сопровождающее альфа- или бета-распад большинства радиоактивных изотопов, благодаря своей большой проникающей способности используется в методах бесконтактного определения толщины, плотности, неоднородностей и других качеств промышленных и сельскохозяйственных объектов, а также, наряду с нейтронами, — для лучевого воздействия на организм (радиационная генетика и селекция, стерилизация продуктов, борьба с вредителями с.-х. культур и т. д.).

В данном практикуме по радиометрии основное внимание уделяется изучению свойств бета-излучения, взаимодействия бета-частиц с веществом и особенностей их регистрации. Гамма-излучение и методы его измерения рассматриваются кратко при изучении детекторов гамма-лучей (работы № 4 и № 14), а также в работах по дозиметрии. Лабораторные работы, посвященные изучению свойств альфа-частиц и их регистрации, в настоящем практикуме отсутствуют и лишь там, где это необходимо, вопросы альфа-радиометрии рассматриваются в связи с изучением способов измерения бета- и гамма-лучей.

Работы № 9 и № 10 посвящены изучению поглощения в веществе бета-излучения различных радиоизотопов, знакомят с приемами определения максимальной энергии β -спектров и идентификацией изотопов, а также со способами введения поправки на поглощение при измерениях активности препаратов.

Энергия бета-частиц.

Бета-излучение представляет собой поток испускаемых ядрами электронов (β^-) или позитронов (β^+), которые рождаются в процессе ядерных превращений. Важнейшая особенность бета-излучения в отличие от альфа-частиц и гамма-квантов состоит в том, что бета-частицы, излучаемые ядрами атомов данного радиоактивного изотопа, всегда имеют непрерывный энергетический спектр, в котором представлены частицы, обладающие всевозможными значениями кинетической энергии от нуля до некоторой максимальной величины.

На рис. 31 приведено типичное распределение бета-частиц по энергиям (бета-спектр). По горизонтальной оси отложена величина энергии E , а по вертикальной—число бета-частиц $N(E)$, имеющих данную энергию. Значение максимальной энергии $E_{\text{макс}}$ является характерной константой каждого радиоактивного изотопа; эта величина обычно приводится в таблицах. Для известных источников бета-частиц величина $E_{\text{макс}}$ варьирует в широких пределах—от 15 кэв до 15 мэв. Средняя энергия β -частиц $E_{\text{ср}}$ приблизительно

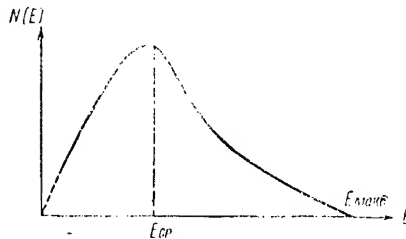


Рис. 31. Бета-спектр. По оси абсцисс—энергия бета-частиц, по оси ординат—число частиц данной энергии.

равна $\frac{1}{3} E_{\text{макс}}$ и колеблется от $0,25 E_{\text{макс}}$ до $0,45 E_{\text{макс}}$ для разных изотопов. В дальнейшем максимальную энергию будем обозначать символом E_M .

Непрерывность бета-спектра объясняется в теории бета-распада тем, что одновременно с бета-частицей из распадающегося ядра вылетает другая частица, не имеющая заряда и обладающая ничтожной массой. Эта гипотетическая частица, обеспечивающая выполнение фундаментальных законов сохранения энергии и импульса в бета-распаде, получила название нейтрино (ν), а ее существование доказано посредством косвенных экспериментов. Энергия распада распределяется между бета-частицей и нейтрино случайным образом, но всегда так, что сумма энергий обеих частиц постоянна. Например, если вся энергия распада приходится на нейтрино, то бета-частица будет обладать нулевой энергией, и, наоборот, бета-частица с максимальной энергией E_M уносит всю энергию распада. Поэтому величина максимальной энергии бета-спектра характеризует данный радиоактивный изотоп и может служить основанием для его идентификации. Значения максимальной энергии для некоторых радиоактивных изотопов приводятся в таблице 1.

Таблица 1
Максимальные энергии бета-спектров некоторых радиоактивных изотопов

Изотоп	H ³	C ¹⁴	Na ²⁴	P ³²	S ³⁵	Ca ⁴⁵	Sr ⁹⁰	Y ⁹⁰	Tl ²⁰⁴
E_M (мэв)	0,018	0,155	1,390	1,708	0,169	0,254	0,610	2,27	0,765

Принято условно называть бета-излучение со значением $E_M < 0,5$ мэв **мягким**, а со значением $E_M > 0,5$ мэв — **жестким** бета-излучением.

Взаимодействие бета-частиц с веществом. Ослабление потока бета-частиц слоем вещества происходит в результате процессов упругого и неупругого рассеяния движущихся электронов. При упругом рассеянии общая кинетическая энергия взаимодействующих частиц не изменяется, — меняется лишь направление их движения. Основную роль в упругом рассеянии бета-частиц играет рассеяние на атомных ядрах, хотя электроны могут рассеиваться упруго также и на электронах атомных оболочек.

Вследствие малой массы электронов, они часто отклоняются на большие углы. В среднем отклонение, которое испы-

тывает электрон тем больше, чем выше порядковый номер Z вещества и меньше энергия электрона. Чтобы снизить эффекты рассеяния при регистрации излучения, внутренние стенки счетного домика изготавливаются из легких материалов, обычно из плексигласа или алюминия. Если параллельный пучок электронов, имеющих одинаковую энергию (моноэнергетические электроны), падает на поглотитель, то вследствие упругого рассеяния параллельность пучка нарушается, а длины пробегов электронов в поглотителе оказываются весьма различными. Это в еще большей степени относится к бета-частицам, имеющим непрерывный спектр энергии. Бета-частицы проходят в веществе сложные извилистые пути и пробегают расстояния, в несколько раз превышающие толщину слоя вещества.

Существенную роль в поглощении бета-частиц играет неупругое рассеяние на орбитальных электронах атомов среды. При этом происходит передача энергии орбитальному электрону, что ведет к ионизации или возбуждению атома. В области энергий электронов порядка 10^4 — 10^6 эв вероятность ионизации или возбуждения атомов и молекул среды значительно превосходит вероятность упругих столкновений (примерно 95% и 5%). Поэтому **ионизирующее** действие бета-частиц является наиболее важным для изучения их взаимодействия с веществом. Проходя через слой поглотителя, бета-частицы растрачивают свою энергию на ионизацию и возбуждение встречных атомов и молекул, причем средняя потеря энергии бета-частицы при образовании пары ионов в воздухе составляет ≈ 33 эв. Таким образом, на 1 мэв поглощенной энергии в воздухе образуется около 30 000 пар ионов.

Число пар ионов, образуемых ионизирующей частицей на сантиметре пути в воздухе при нормальных условиях, называется **удельной ионизацией**. Величина удельной ионизации зависит от скорости частицы и ее заряда Z . При одной и той же энергии удельная ионизация из-за различия в скоростях будет для электронов во много раз меньше, чем для альфа-частиц и протонов. Для энергий порядка нескольких мэв удельная ионизация, создаваемая электроном, примерно в 1000 раз меньше, чем создаваемая альфа-частицей. В области малых значений энергии (до 1 мэв) удельная ионизация, вызываемая электроном, приблизительно обратно пропорциональна квадрату скорости. Например, при скорости $v=0,4 \cdot c$ (c —скорость света) и, соответственно, энергии $E=0,046$ мэв

электрон образует около 250 пар ионов на 1 см пути в воздухе, а при $v=0,95c$ ($E \approx 1,1$ мэв) число пар ионов падает до 45. Таким образом, с увеличением энергии уменьшается ионизирующее действие бета-излучения и, следовательно, возрастает его проникающая способность. Однако для бета-частиц большой энергии (>1 мэв) величина удельной ионизации начинает медленно возрастать с увеличением энергии частиц.

Потери энергии первичных электронов на ионизацию и возбуждение атомов среды называются обычно **ионизационными**. Ионизационные потери приблизительно пропорциональны $\frac{nZ}{v^2}$, где n —число атомов вещества поглотителя в 1 см³, Z —порядковый номер поглотителя, v —скорость электрона (бета-частицы). Так как число атомов в единице объема равно

$$n = \rho \frac{6,02 \cdot 10^{23}}{A},$$

где A —атомный вес, ρ —плотность поглотителя в г/см³, $6,02 \cdot 10^{23}$ —число Авогадро, то энергия, теряемая бета-частицами на ионизацию в слое вещества толщиной x см, пропорциональна $\frac{1}{v^2} \frac{Z}{A} \cdot \rho x$. При изменении Z отношение $\frac{Z}{A}$ изменяется в пределах от 0,5 для легких веществ до 0,4 для свинца, что позволяет приблизительно считать это отношение постоянным. Поэтому, если выражать толщину поглощающего слоя не в линейных единицах (см), а в единицах ρx (г/см², мг/см²), то потери энергии (и, следовательно, поглощение бета-излучения) будут приблизительно одинаковыми для различных веществ. Иными словами, поглощение бета-частиц с данным значением $E_{\text{макс}}$ определяется массой вещества, приходящейся на 1 см² поверхности поглотителя. Эта величина $d = \frac{m}{S} = \rho x$ (m —масса в г, S —площадь поглотителя в см²) часто называется **поверхностной плотностью** вещества и широко применяется в прикладной ядерной физике. Мы уже сталкивались с этим понятием при изучении счетчиков разных типов (работа № 4), толщина стенок которых выражается в единицах поверхностной плотности (мг/см²), что позволяет непосредственно оценивать их «прозрачность» по отношению к данному излучению.

Для иллюстрации удобства этого способа выражения толщины поглотителя укажем, что бета-излучение радиофосфора

P^{32} полностью поглощается в 620 см воздуха, около 8 мм воды, 3 мм алюминия и 0,75 мм свинца. Если выразить указанные толщины для разных веществ в единицах поверхностной плотности d , то мы получим приблизительно одну и ту же величину 780—800 мг/см², которая и характеризует максимальный пробег (см. ниже) бета-частиц радиофосфора в любом веществе.

Третьим процессом взаимодействия быстрых электронов с веществом является неупругое рассеяние их на ядрах атомов. При торможении электронов в кулоновском поле атомных ядер возникает так называемое тормозное рентгеновское излучение с максимальной энергией, равной максимальной энергии бета-частиц. Эти потери энергии, называемые **радиационными**, пропорциональны квадрату атомного номера (Z^2) вещества, в котором движется бета-частица. Поэтому интенсивность тормозного излучения в тяжелых веществах, например, в свинце, гораздо больше, чем в легких (в воздухе или в алюминии). В свинце радиационные потери сравнимы с ионизационными лишь при энергиях электронов порядка 10 мэв, в то время как в легких веществах при обычных энергиях бета-частиц эти потери несущественны.

Ослабление бета-лучей при прохождении через вещество обуславливается всеми тремя механизмами взаимодействия, однако ионизационные потери при этом имеют доминирующее значение.

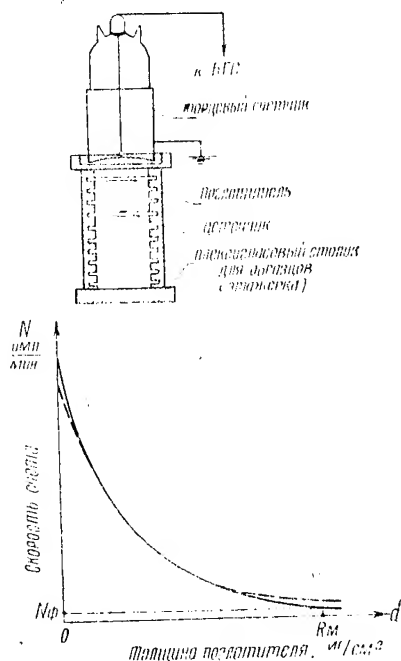


Рис. 32. Схема опыта (вверху) и примерная кривая поглощения бета-частиц радиоактивного изотопа (внизу). Пунктирная кривая—экспонента.

Поглощение бета-частиц. Если радиоактивный препарат, испускающий бета-частицы, установить на некотором расстоянии от счетчика Гейгера-Мюллера, а между препаратом и счетчиком помещать поглощающие фильтры различной толщины d , то измеряя при помощи счетчика соответствующие скорости счета N_d , можно построить кривую, связывающую число частиц, прошедших через поглотитель, с толщиной поглотителя. На рис. 32 изображена не требующая пояснений схема опыта для снятия кривой поглощения бета-частиц.

Внизу рис. 32 приведена типичная кривая поглощения бета-излучения радиоактивного изотопа — по оси абсцисс отложена толщина поглощения d в мг/см^2 , по оси ординат — скорость счета, измеренная при данной толщине, N *имп/мин*. Экспериментальная кривая (сплошная линия на рис. 32) хорошо совпадает с кривой, соответствующей экспоненциальной функции (пунктирная кривая), в области средних значений толщины поглотителя.

Таким образом, кривая поглощения бета-частиц с непрерывным бета-спектром приблизительно может быть описана следующей эмпирической формулой, иногда называемой законом поглощения:

$$N_d = N_0 e^{-\mu d}, \quad (1)$$

где N_0 и N_d — скорости счета, соответствующие числу бета-частиц, падающих на поглотитель и прошедших через него, а μ — константа, называемая **коэффициентом поглощения**.

Строго говоря, в уравнении (1) вместо N_d и N_0 следует брать соответствующие скорости счета, исправленные на мертвое время и фон счетчика, которые мы обозначали ранее, как $N_{\text{пр}}$. Для упрощения записи в дальнейшем эту величину будем обозначать через J . Следовательно, J — это «истинная» скорость счета — число β -частиц, попадающих в счетчик в 1 минуту.

Таким образом, закон поглощения (1) будет иметь следующий вид:

$$J_d = J_0 e^{-\mu d} \quad (1')$$

При очень малых и больших значениях d наблюдается заметное отступление от экспоненциального закона. Такая закономерность имеет место для большинства бета-спектров.

Коэффициент поглощения μ характеризует поглощение бета-излучения данного радиоактивного изотопа и зависит от

максимальной энергии бета-спектра. Однако понятие коэффициента поглощения оправдано лишь для интервала толщин поглотителя, в котором справедлив экспоненциальный закон (1)—см. рис. 32.

Если толщина поглотителя x выражена в сантиметрах, то μ выражается в обратных единицах (см^{-1}) и называется линейным коэффициентом поглощения. В этом случае коэффициент $\mu_{\text{лин}}$ различен для веществ с разной плотностью ρ .

Опыт показывает, что отношение $\mu_{\text{лин}}$ к плотности ρ почти не зависит от природы поглотителя. Величина $\mu_{\text{масс}} = \frac{\mu_{\text{лин}}}{\rho}$ называется массовым коэффициентом поглощения и имеет размерность [$\text{см}^2/\text{г}$, $\text{см}^2/\text{мг}$]. Выражая толщину поглощающего слоя d в единицах поверхностной плотности [$\text{г}/\text{см}^2$, $\text{мг}/\text{см}^2$], мы характеризуем закон поглощения (1) при помощи $\mu_{\text{масс}}$. Значения $\mu_{\text{масс}}$ иногда указываются в таблицах изотопов, однако данные разных авторов не всегда совпадают, что связано с различием в геометрических и других условиях опыта, влияющих на ход поглощения.

С коэффициентом поглощения μ связана другая характеристика бета-спектра — **толщина половинного поглощения** $d_{1/2}$, которая определяется как толщина, ослабляющая вдвое интенсивность начального потока бета-частиц.

По аналогии с периодом полураспада $T_{1/2}$ (см. работу № 8) величина слоя половинного поглощения $d_{1/2}$ соответствует абсциссе, при которой ордината (скорость счета) уменьшается вдвое. Зная толщину полупоглощения $d_{1/2}$ [$\text{г}/\text{см}^2$, $\text{мг}/\text{см}^2$], можно рассчитать значение массового коэффициента поглощения:

$$\mu \left[\frac{\text{см}^2}{\text{г}} \right] = \frac{\ln 2}{d_{1/2}} = \frac{0,693}{d_{1/2}} \quad (2)$$

$$\text{и, наоборот, } d_{1/2} = \frac{0,693}{\mu} \quad (3)$$

Толщина слоя половинного поглощения $d_{1/2}$, так же как и коэффициент поглощения μ , зависит от энергии бета-спектра. На рис. 33 приведена эта зависимость. По оси абсцисс отложена максимальная энергия E_M в *мэв*, по оси ординат — $d_{1/2}$ в $\text{мг}/\text{см}^2$. Определив на опыте толщину фильтра, снижающего скорость счета вдвое — $d_{1/2}$, и пользуясь указанным графиком, можно найти максимальную энергию бета-излучения исследуемого вещества.

дусомого изотона; и, наоборот, для известного радионуклида по значению E_m находят толщину слоя вещества, ослабляющую вдвое интенсивность бета-излучения.

В таблице 2 (стр. 32) даны значения μ и $d_{1/2}$ для некоторых радиоактивных изотопов, испускающих бета-излучение. Например, толщина половинного поглощения для C^{14} составляет 2,7 мг/см². Отсюда следует, что если слюда торцового счетчика имеет толщину больше 2,7 мг/см², то в счетчик проникнет менее половины бета-частиц радиоуглерода, падающих на слюдяное окошко. Поэтому для изотопов, испускающих мягкое бета-излучение (S^{35} , C^{14} и др.) следует применять торцовые счетчики с толщиной окна $\approx 1-2$ мг/см².

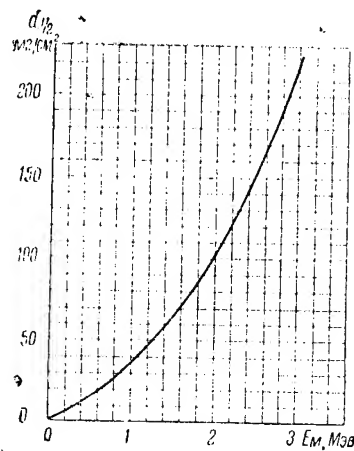


Рис. 33. Зависимость толщины половинного поглощения $d_{1/2}$ от максимальной энергии β -спектра E_m .

Хотя экспоненциальный закон поглощения (1') справедлив в ограниченной области (рис. 32) толщины, все же для опытного определения μ и $d_{1/2}$ можно воспользоваться этой зависимостью. Помещая непосредственно перед окошком счетчика поглотитель (например, листочки алюминиевой фольги) возрастающей толщины, получают начальный участок кривой поглощения. Даже в отсутствие фильтра часть бета-излучения поглощается в окошке счетчика и в воздухе — поэтому отклонение начального участка кривой от экспоненты обычно ускользает от наблюдателя, и первые экспериментальные точки уже удовлетворительно ложатся на экспоненциальную кривую. Измерения $d_{1/2}$ и E_m влѣдѣе члзодохоз ехон 'доп хэл от лѣговоди зителѣ в 8—10 раз, после чего обычно наступает отклонение от экспоненты в сторону оси абсцисс. Полученные результаты удобно изобразить графически в полулогарифмическом масштабе, откладывая по горизонтальной оси толщину поглотителя d (мг/см²), а по вертикальной — логарифм скорости счета, исправленной на мертвое время и фон счетчика — $\lg J$. В таком масштабе для простого бета-спектра должна получиться линия, близкая к прямой. Примерный график кривой поглоще-

ния в полулогарифмическом масштабе изображен на рис. 34. Взяв любые две точки на среднем участке построенной прямой, можно определить коэффициент поглощения μ как тангенс угла наклона прямой по формуле:

$$\mu = 2,3 \frac{\lg J_1 - \lg J_2}{d_2 - d_1} \left[\frac{\text{см}^2}{\text{мг}} \right] \quad (4)$$

а затем и толщину полупоглощения $d_{1/2}$ — по соотношению (3).

Для различных бета-активных изотопов прямые, полученные в полулогарифмическом масштабе, имеют разный наклон (разный μ). Если регистрируется бета-излучение смеси двух

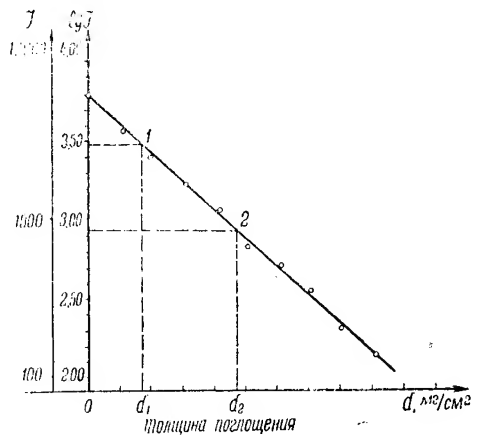


Рис. 34. Экспериментальный график ослабления бета-излучения, построенный в полулогарифмическом масштабе. По вертикали для наглядности даны две шкалы — $\lg J$ и J .

радионуклидов, то имеет место сложная кривая, аналогичная графику, изображенному на рис. 30 (см. работу № 8). Анализ такой кривой поглощения и разделение компонент менее оправданы, чем в аналогичном случае для периодов полураспада; иногда этим приемом все же пользуются, если бета-спектры радионуклидов резко отличаются по энергии.

Следует еще раз подчеркнуть, что закон поглощения (1') является лишь весьма грубым приближением, а кривая поглощения, построенная в полулогарифмических координатах, в интервале больших толщин резко отклоняется от прямой вниз. На рис. 35 это отклонение показано пунктирной кривой.

которая получается после вычитания фона из общей скорости счета. Сплошная кривая на рис. 35 построена без учета поправки на фон. Отклонение от экспоненты в области малых толщин—более тонкий эффект и его можно обнаружить, лишь применяя счетчики с особо тонким окошком, счетчики «без окна», работающие в проточном режиме (см. работу № 12) и 4π-счетчики (см. работу № 13).

Автором в Биофизической лаборатории ТСХА в 1955 году были сняты кривые поглощения бета-излучения C^{14} , S^{35} , Ca^{45} , Ti^{204} и др. изотопов, причем приме-

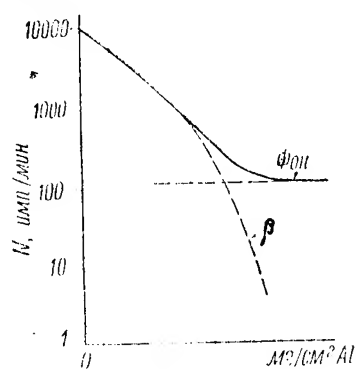


Рис. 35. Полулогарифмическая кривая ослабления бета-излучения в алюминии. Сплошная кривая построена для скорости счета N без вычитания фона. Пунктирная кривая (β) — для исправленной скорости счета J .

няемые счетчики позволили довести начальный участок кривой поглощения до значений эффективной толщины $d_{\text{эфф}} = 0,38 \text{ мг/см}^2$ (эффективная толщина учитывает телесный угол, в который направлено бета-излучение, регистрируемое счетчиком). Точка, отвечающая нулевой толщине поглощающего вещества, была получена при помощи 4π-счетчика с внутренним введением образца. На рис. 36 представлена кривая поглощения (прохождения) бета-излучения C^{14} , полученная при помощи этой методики. Начальный участок кривой поглощения (сплошная линия), построенной в полулогарифмическом масшта-

бе, заметно отклоняется вверх от прямой (пунктирная линия), соответствующей экспоненциальной зависимости. Этот факт имеет большое значение при определении абсолютной активности при помощи торцового счетчика (см. работу № 13), так как полученные данные свидетельствуют о том, что потерю бета-частиц в воздухе и окошке счетчика нельзя полностью учесть, пользуясь экспоненциальным законом. Аналогичные кривые были получены и для других изотопов. Методика и результаты этой работы опубликованы [2].

Поскольку кривая поглощения в полулогарифмическом масштабе, вообще говоря, не прямолинейна, толщина слоя половинного поглощения $d_{1/2}$ различна на разной глубине поглотителя. Это относится и к μ . Тем не менее всегда имеется интервал толщин (приблизительно $0,05 R_M < d < 0,35 R_M$), на

котором полулогарифмическая кривая поглощения представляет прямую линию, что дает возможность определить μ и $d_{1/2}$ способом, рассмотренным выше (формула 4).

В упражнениях 1 и 2 настоящей работы этим методом изучается поглощение бета-излучения P^{32} и S^{35} .

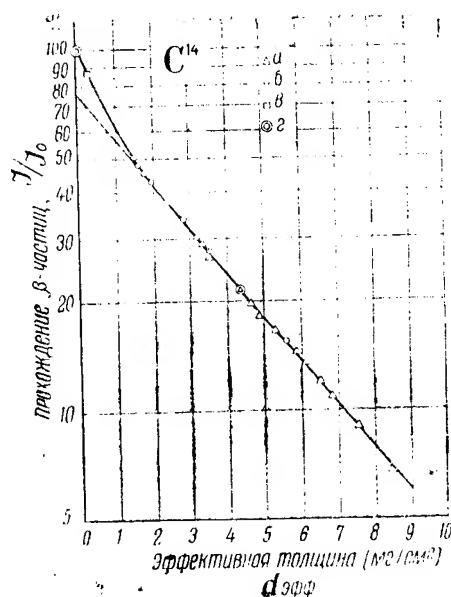


Рис. 36. Кривая ослабления бета-излучения C^{14} в области малых толщин поглощающего вещества. Экспериментальные точки: а — воздух и слюдяные поглотители (торцовый счетчик); б — гелий и слюдяные поглотители (проточный счетчик, с открытым окном); в — гелий без поглотителей; г — 4π -счетчик.

Отметим также, что название «кривая поглощения», часто встречающееся в литературе, не совсем точно отражает сущность исследуемой зависимости, так как мы имеем дело не с поглощенным, а с проникающим излучением. Поэтому правильное было бы говорить о кривых прохождения или кривых ослабления, учитывая, что последний термин подразумевает и эффекты упругого рассеяния.

Таблица 2

Характеристики бета-излучения некоторых радиоактивных изотопов

Символ изотопа	Период полураспада $T_{1/2}$	Максимальная энергия β -спектра E_m , мэв	Толщина полупогло- щения $d_{1/2}$, мг/см ²	Коэффици- ент погло- щения μ , см ² /мг	Максималь- ный пробег в веществ- е R_m , мг/см ²
${}_1\text{H}^3$	12,4г	0,018	0,28	—	0,62
${}_6\text{C}^{14}$	5720,л	0,155	2,7	0,26	20
${}_{11}\text{Na}^{24}$	15,1ч	1,39	78	0,009	600
${}_{15}\text{P}^{32}$	14,3д	1,708	115	0,006	780
${}_{16}\text{S}^{35}$	87,1д	0,169	3,0	0,23	21
${}_{20}\text{Ca}^{45}$	163д	0,254	5,5	0,126	57
${}_{27}\text{Co}^{60}$	5,3г	0,306	7,3	0,095	80
${}_{38}\text{Sr}^{89}$	54,5д	1,46	81	0,0085	660
${}_{38}\text{Sr}^{90}$	~ 28,д	0,61	22	—	180
${}_{39}\text{Y}^{90}$	2,54д	2,27	150	—	1100
${}_{74}\text{W}^{185}$	73,2д	0,43	11	0,063	120
${}_{81}\text{Tl}^{204}$	2,7г	0,765	30	0,023	280

Данные, приведенные в таблице 2, нельзя рассматривать как окончательные и строго определенные. Даже значения периодов полураспада $T_{1/2}$ для некоторых изотопов (Sr^{90} , Tl^{204} и др.) до сих пор точно не установлены [3]. Что касается коэффициентов поглощения μ и толщины полупоглощения $d_{1/2}$, то указанные значения следует считать весьма относительными в силу упомянутых выше причин, которые связаны с условиями эксперимента. Поэтому, если возникает необходимость определения этих параметров бета-излучения, следует отдать предпочтение прямому эксперименту в данных конкретных условиях, имея в виду, что табличные значения могут служить лишь для ориентировки.

Данные по максимальным пробегам R_m более достоверны, однако и в этом случае ошибка может быть значительной. Значения максимальной энергии E_m обычно находятся по максимальным пробегам R_m при помощи эмпирических формул

(см. ниже), точность которых не лучше 5%. В связи с этим сведения о максимальных энергиях бета-излучения радиоизотопов, сообщаемые в литературе, нередко расходятся.

Дополнительно укажем эмпирически найденную зависимость между массовым коэффициентом поглощения μ $\left(\frac{\text{см}^2}{\text{г}}\right)$ и максимальной энергией бета-спектра E_M (мэв):

$$\mu = 22 \cdot E_M^{-1,33} \quad \text{при } E_M > 0,5 \text{ мэв} \quad (5)$$

Все сказанное выше справедливо и для позитронов. Надо заметить, что проникающая способность позитронов несколько отличается от проникающей способности электронов такой же энергии из-за того, что они по-разному рассеиваются при прохождении через электронную оболочку атомов среды. Однако различие не является особо существенным.

Поправка на поглощение. Изучая свойства бета-излучения и взаимодействие бета-частиц с веществом, мы не должны забывать, что основной задачей радиометрии является измерение активности радиоактивных препаратов. Имея перед собой эту цель, рассмотрим как влияет поглощение бета-частиц в веществе на результаты измерения активности при помощи газоразрядных счетчиков.

В описании работы № 6 (см. Радиометрия, ч. I) указывалось, что при любых измерениях со счетчиками существенное влияние оказывают десять факторов; некоторые из них были рассмотрены в соответствующих работах. Действие шестого фактора—поглощения бета-излучения в воздухе и стенке счетчика может быть учтено путем введения в результаты измерений поправки на поглощение, если принять, что для простого бета-спектра поглощение происходит по экспоненциальному закону (1').

Таким образом, поправка на поглощение определяется по формуле:

$$K_{\text{полг}} = \frac{J_z}{J_0} = e^{-\mu_{\text{масс}} z} \quad (6)$$

Здесь J и J_0 регистрируемая и искомая скорости счета, исправленные на мертвое время и фон. В толщину z входят выраженные в единицах поверхностной плотности толщина слоя воздуха $d_{\text{возд}}$ между препаратом и окном счетчика и толщина окна (стенки) счетчика $d_{\text{ст}}$. Следовательно,

$$z \left(\frac{\text{мг}}{\text{см}^2}\right) = x_{\text{возд}} \cdot \rho_{\text{возд}} + x_{\text{ст}} \cdot \rho_{\text{ст}} \quad (7)$$

Обычно толщина слюды торцового счетчика или катода цилиндрического счетчика указываются в паспорте счетчика непосредственно в массовых единицах (например, для счетчиков Т-25-БФЛ $d_{ст} = 1-2$ мг/см²). Поэтому, для определения z необходимо лишь измерить расстояние препарата от счетчика, $x_{возд}$.

$$z = 1,29 \cdot x_{возд} + d_{ст} \quad (7')$$

(Плотность воздуха при нормальных условиях $\rho_{возд} = 1,29$ мг/см³).

Строго говоря, вместо z следует брать $z_{эфф}$ — эффективную толщину суммарного поглощающего слоя, которая учитывает, что бета-частицы попадают в счетчик под различными углами и, следовательно, проходят слои поглотителя, большие его толщины z . Для длинного цилиндрического счетчика эффективная толщина в обычных условиях измерений примерно равна $z_{эфф} = 2z$; в случае торцового счетчика $z_{эфф}$ зависит от относительного телесного угла — геометрического фактора η (см. работу № 6) и возрастает с увеличением η . Таблица 3 иллюстрирует зависимость эффективной толщины поглощающего слоя от геометрического фактора при измерениях на торцовом счетчике.

Таблица 3

Зависимость отношения $\frac{z_{эфф}}{z}$ от геометрического фактора η (см. [1] стр. 85)

Геометрический фактор η	$\frac{z_{эфф}}{z}$
0,05	1,05
0,1	1,12
0,15	1,18
0,2	1,27
0,25	1,37

Итак, для определения поправки на поглощение необходимо найти z по формулам (7) или (7'); затем, пользуясь таблицей 3 или графиком в книге [1] на стр. 85, определить $z_{эфф}$ и подставить его значение в формулу:

$$K_{догл} = e^{-\mu_{масс} z_{эфф}} \quad (8)$$

Коэффициент поглощения $\mu_{\text{масс}}$ находится из таблиц или определяется экспериментально по кривой поглощения.

Если вместо $\mu_{\text{масс}}$ пользоваться значением толщины половинного поглощения $d_{1/2}$, то формула (8) принимает следующий вид:

$$K_{\text{погл}} = \frac{J_z}{J_0} = 2^{-\frac{z_{\text{эфф}}}{d_{1/2}}} \quad (9)$$

Поскольку экспоненциальный закон поглощения выполняется не точно (а для сложных бета-спектров он совсем не соблюдается), поправку на поглощение иногда определяют опытным путем. Для этого снимают несколько точек кривой поглощения (начальный участок) и строят в полулогарифмическом масштабе график, как показано на рис. 34. Затем на оси абсцисс влево от начала координат откладывают в выбранном масштабе величину $z_{\text{эфф}}$ и через эту точку проводят прямую, параллельную оси ординат. После этого полулогарифмическую кривую поглощения экстраполируют (продолжают) до пересечения с построенной прямой. Точка, полученная на новой оси ординат, и будет отвечать логарифму истинной скорости счета, $\lg J_0$. Коэффициент $K_{\text{погл}}$ определяется как отношение скорости счета без дополнительных поглотителей J_z к экстраполированному значению скорости счета при нулевой толщине поглотителя J_0 :

$$K_{\text{погл}} = \frac{J_z}{J_0}$$

Как указывалось выше (см. рис. 36), такой способ экстраполяции не всегда оправдан (особенно для мягких бета-излучений), ибо ход кривой поглощения в очень тонких первых слоях поглотителя может существенно отличаться от ее дальнейшего хода.

При относительных измерениях активности, когда сравниваются скорости счета серии образцов, содержащих один и тот же изотоп, поправку на поглощение в воздухе и стенке счетчика следует вводить лишь в случае, если нарушается стандартизация условий измерения (меняется расстояние, телесный угол и т. п.). Однако, если результаты измерения характеризуют, например, степень поступления радионуклида в тот или другой орган растения или животного, то для правильной интерпретации данных следует обязательно ввести поправку на поглощение, особенно в случае мягкого бета-излучения (C^{14} , S^{35} , Ca^{45} и др.).

При абсолютных измерениях поправка на поглощение является одной из наиболее существенных поправок.

Принадлежности:

1. Установка типа Б-2, секундомер.
2. Торцовый счетчик Т-25-БФЛ в свинцовом домике.
3. Радиоактивные препараты: P^{32} на слюде, S^{35} (C^{14}) на слюде, эталон U^{238} .
4. Набор алюминиевых поглотителей—10 шт.
5. Набор слюдяных пластинок толщиной от 2 до 12 мг/см².
6. Миллиметровая бумага, таблицы логарифмов, таблицы функции e^x и e^{-x} .

Упражнение 1

Снятие кривой поглощения бета-излучения изотопа P^{32} в алюминии. Определение $\mu_{масс}$ и d_{β} .

Порядок выполнения упражнения следующий.

После включения, прогрева и проверки работы установки Б-2 измеряют, как всегда, эталон и фон. Фон желательно измерять в течение 10 минут. Результаты измерения фона записывают сверху таблицы 4. Помещают препарат P^{32} (на слюде) на такую позицию этажерки (столика) чтобы скорость счета составляла 6000—8000 *имп/мин*. При соответствующем выборе активности препарата рекомендуется такую скорость счета получать с 6-й позиции. Измеряют скорость счета в отсутствии алюминиевых поглотителей перед окном счетчика. После этого, помещая алюминиевые пластинки (сначала одну, затем две и т. д.) на 2-ю позицию столика, измеряют соответствующие скорости счета N_d . Толщина каждой пластинки алюминия в этом упражнении составляет 26 мг/см². Если толщина пластинки d (в единицах поверхностной плотности) неизвестна, то ее определяют как частное от деления массы пластинки на ее площадь, $d = \frac{m}{S}$. Опыт заканчивают, когда на 2-й позиции наберется 10 алюминиевых пластинок, т. е. будет использован весь набор поглотителей.

Время отдельных измерений следует выбирать с таким расчетом, чтобы при каждом измерении регистрировалось не менее 2500 импульсов. Это обеспечит точность показаний не хуже 2% (см. работу № 7). Результаты заносят в таблицу 4 по ходу выполнения упражнения. Поправка на мертвое время вводится по таблице поправок или по соответствующей формуле (см. работу № 5).

Таблица 1

Счетчик торцовый Т-25-БФЛ № $d_{ст}$ мг/см².

V_p вольт, $k=64$ N_{Φ} илп/мин.

№ измерения	Толщина алюминия d в мг/см ²	Время измерения t , мин.	Показание э.-м. счетчика a и (b)	Число импульсов N илп.	Скорость счета N илп/мин	С учетом поправки на мертвое время N_0	С учетом фона $J = N_0 - N_{\Phi}$	$lg J$
1	0							
2	26							
3	52							

и т.д.

По данным таблицы 1 строят график, откладывая по горизонтальной оси величину d , а по вертикальной— $lg J$ (рис. 34). По графику определяют массовый коэффициент поглощения $\mu_{масс}$ как угловой коэффициент полученной прямой (см. формулу (4)). Толщина половинного поглощения $\Phi_{1/2}$ находится из соотношения (3).

Упражнение 2

Снятие кривой поглощения бета-излучения S^{35} (или C^{14}) в слюде при помощи торцового счетчика

Для изотопов, испускающих мягкое бета-излучение, удобнее снимать кривую поглощения при помощи тонких слюдяных пластинок.

Прежде чем приступить к выполнению упражнения, снова измеряют фон в течение 10 минут. Исследуемый препарат устанавливают на 4—6 позицию, добиваясь скорости счета ≈ 6000 илп/мин. Первое измерение проводят без слюдяных фильтров. Затем поочередно на 1-ю позицию столика помещают слюдяные пластинки, последовательно увеличивая их толщину (толщина указана на каждой пластинке). Получают примерно 7—8 экспериментальных точек при толщине слюды от 2 до 12 мг/см². Если в наборе отсутствуют пластинки некоторой толщины в этом интервале, то измерение проводят с двумя или тремя слюдяными пластинками, набирая в сумме

нужную толщину поглотителя. В каждом измерении следует регистрировать не менее 1000 импульсов, что обеспечит статистический разброс $\sim 3\%$.

Полученные данные вносят в таблицу, аналогичную таблице 4 (упр. 1) и строят полулогарифмический график, по которому определяют $\mu_{\text{масс}}$ и $d_{1/2}$. Указанный график для S^{35} (C^{14}) можно построить рядом с графиком для P^{32} . При этом масштаб по оси абсцисс следует растянуть по сравнению с предыдущим графиком, ибо для мягкого бета-излучения мы имеем дело с малыми толщинами поглощения.

Упражнение 3

Определение поправки на поглощение бета-частиц S^{35} (C^{14}) в слое воздуха и окошке счетчика

1. Поправку на поглощение бета-излучения S^{35} (C^{14}) в слое воздуха между препаратом и счетчиком и окошке счетчика $K_{\text{погл}}$ определяют по формуле (8), подставляя в нее полученное значение $\mu_{\text{масс}}$ и $z_{\text{эфф}}$. В указанных в упражнении 2 условиях измерения геометрический фактор не превышает значения 0,05. Поэтому при определении $K_{\text{погл}}$ можно не учитывать отличия отношения $z_{\text{эфф}}/z$ от единицы (см. таблицу 3) и пользоваться формулой

$$K_{\text{погл}} = \frac{J_z}{J_0} = e^{-\mu_{\text{масс}} z}$$

Полученная величина характеризует ослабление бета-излучения S^{35} (C^{14}) на пути от препарата до чувствительного объема счетчика. Определив $K_{\text{погл}}$, находят J_0 . При вычислении $K_{\text{погл}}$ нужно пользоваться таблицами функции e^{-x} .

2. Поправку на поглощение определяют методом экстраполяции начального участка полулогарифмического графика к нулевой толщине поглотителя (см. выше, стр. 35). Точка пересечения экстраполированного графика с новой осью ординат дает значение $\lg J_0$. По таблицам антилогарифмов находят величину J_0 и определяют ослабление бета-частиц (поправку на поглощение) как отношение J_z к J_0 , где J_z — скорость счета без дополнительных поглотителей (берется из данных упражнения 2), а J_0 — скорость счета, приведенная к нулю поглощения и полученная путем экстраполяции.

В заключение нужно сравнить значения $K_{\text{погл}}$, полученные тем и другим способами.

Sanitized Copy Approved for Release 2011/01/24 : CIA-RDP80T00246A057500110001-1

ЛИТЕРАТУРА

1. В. Бочкарев, И. Кеирим-Маркус и др. Измерение активности источников бета- и гамма-излучений. Изд-во АН СССР, Москва, 1953.
2. С. П. Целищев и А. О. Фурман. Поглощение бета-излучения в тонких слоях вещества и его роль при абсолютных измерениях бета-активности. Журнал «Известия ТСХА» № 3, 1957.
3. Б. С. Желепов и Л. К. Пекер. Схемы распада радиоактивных ядер. Изд-во АН СССР, Москва—Ленинград, 1958.
4. Н. Г. Гусев. Справочник по радиоактивным излучениям и защите. Медгиз, Москва, 1956.

РАБОТА № 10

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАКСИМАЛЬНОЙ ЭНЕРГИИ БЕТА-СПЕКТРА МЕТОДОМ ПОЛНОГО ПОГЛОЩЕНИЯ. ИДЕНТИФИКАЦИЯ ИЗОТОПА

Максимальный пробег R_M . Зависимость максимального пробега бета-частиц от энергии E . Важнейшей характеристикой бета-излучения радиоактивного изотопа является величина максимального пробега бета-частиц в веществе.

Из графика рис. 32, а также из рис. 35 видно, что существует некоторая толщина поглотителя R_M , которая полностью задерживает все бета-частицы начального потока. При $d=R_M$ экспериментальная кривая ослабления переходит в прямую, отвечающую постоянному уровню фона счетчика. Эта величина R_M , весьма важная для практической радиометрии, носит название **максимального пробега** бета-излучения в веществе. Поскольку бета-излучение данного радиоизотопа обладает непрерывным энергетическим спектром (см. бета-спектр, рис. 31) с определенным значением E_M , то очевидно максимальный пробег соответствует пробегу в веществе бета-частиц максимальной энергии. Частицы, обладающие меньшей энергией, имеют пробеги меньшие R_M . Наличие толщины полного поглощения бета-частиц является причиной, объясняющей отклонение кривой ослабления от экспоненты на больших толщинах (рис. 32).

Согласно данному определению, максимальный пробег не следует смешивать с длиной истинного пути электрона в веществе, которая из-за многократного рассеяния электрона значительно превышает величину максимального пробега. Пробеги измеряются в единицах толщины поглотителя и имеют размерность $[г/см^2, мг/см^2]$. Как уже указывалось, в этом случае величина пробега мало зависит от природы поглощающего материала, увеличиваясь от алюминия до свинца не более, чем на 20%. Обычно максимальный пробег бета-

частиц выражают толщиной слоя полного поглощения в алюминии R_{Al} . Пользуясь соотношением

$$R_M = R_{Al} \frac{(Z/A)_{Al}}{Z/A}, \quad (1)$$

где Z — атомный номер и A — атомный вес вещества, можно рассчитать толщину слоя полного поглощения в любом веществе.

Между максимальным пробегом и максимальной энергией бета-спектра существует следующая зависимость, справедливая для $E_M > 0,8 \text{ мэв}$:

$$R_M = 0,512 E_M - 0,133, \quad (2)$$

где энергия E_M выражена в миллионах электрон-вольт, а R_M — в г/см^2 Al . Этой формулой с некоторым приближением можно пользоваться не только для алюминия, но и для других поглощателей.

В области энергий меньше $0,8 \text{ мэв}$ можно воспользоваться приближенным эмпирическим соотношением, полученным для алюминия:

$$R_M = 0,407 E_M^{1,38} \quad \text{при } 0,15 \text{ мэв} \leq E_M < 0,8 \text{ мэв} \quad (3).$$

На рис. 37 изображена зависимость R_M от E_M (кривая пробег — энергия) для более широкого диапазона энергий. По оси абсцисс этого графика отложен пробег в алюминии в мг/см^2 , а по оси ординат — энергия в мэв . При пользовании формулами (1) и (2) и приведенным графиком следует помнить, что величина R_M определяется по ним с точностью до 5—7%. Значения R_M для бета-спектров некоторых изотопов приведены в последнем столбце таблицы 2 (см. работу № 9, стр. 32).

Знание величин максимальных пробегов бета-излучения радиоизотопов позволяет решать ряд практических задач, как то: рациональный выбор типа счетчика частиц, определение предельной толщины изделий, просвечиваемых при помощи бета-частиц, расчет экранов, защищающих от бета-излучений, и т. п.

В таблице 1 представлены выраженные в линейных единицах максимальные пробеги бета-частиц некоторых радиоизотопов в различных средах — воздухе, воде, алюминии и свинце.

Таблица 1

Максимальные пробеги бета-частиц в различных веществах, R_M

Изотоп	Воздух, см	Вода или ткань, мм	Алюминий, мм	Свинец, мм
$^1\text{H}^3$	~ 0,5			
$^{14}\text{C}^{14}$	16	0,2	0,075	0,02
$^{35}\text{S}^{35}$	17	0,21	0,08	0,02
$^{45}\text{Ca}^{45}$	46	0,6	0,21	0,05
$^{204}\text{Tl}^{204}$	225	2,8	1,00	0,25
$^{89}\text{Sr}^{89}$	530	6,6	2,45	0,6
$^{32}\text{P}^{32}$	620	8,0	3,0	0,75

Эти значения легко получить, взяв из таблицы 2 (раб. № 9, стр. 32) величину R_M (мг/см²) и деля ее на плотность ρ (мг/см³) данного вещества. $R_{\text{см}} = \frac{R \text{ (мг/см}^2\text{)}}{\rho \text{ (мг/см}^3\text{)}}$.

Весьма широко распространены измерения максимального пробега с целью определения максимальной энергии бета-спектра. Нужно отметить, что точные определения максимальных энергий бета-спектров могут быть осуществлены только с помощью бета-спектрометров, но все же в большинстве случаев измерения поглощения являются значительно более удобными.

Точность абсорбционного метода определения E_M ограничивается как ошибками при измерении максимального пробега, так и (главным образом) точностью соотношений, связывающих E_M и R_M . Влияние первой причины в основном объясняется зависимостью измеряемых пробегов (практических пробегов) от начальной интенсивности излучения радиоактивного образца. Действительно, в бета-спектре доля частиц, обладающих максимальной энергией, мала. Поэтому начальная интенсивность бета-излучения препарата определяет в конечном счете абсолютное число бета-частиц с энергией, равной E_M . Чем больше таких частиц испускается препаратом, тем выше точность измерения максимального пробега. На основании сказанного в опытах по определению R_M следует пользоваться высокоактивными препаратами (начальная скорость счета должна быть не менее 8000—10 000 *имп/мин*).

Что касается эмпирических соотношений $R_M = f(E_M)$ или $E_M = f(R_M)$, примерами которых могут служить уравнения (2) и (3), то их справедливость ограничена ошибкой в 5—7%, которая в конце концов и является нижним пределом точности всего метода.

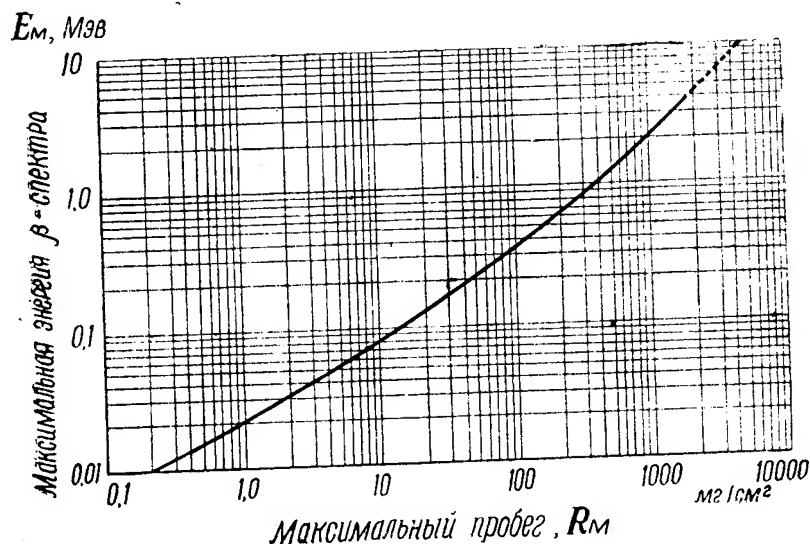


Рис. 37. Зависимость между максимальной энергией и максимальным пробегом β-частиц в алюминии.

Соотношения (2) и (3) могут быть переписаны следующим образом, удобным для практического пользования (значения R_M везде выражены в г/см²):

$$E_M = (1,85R_M + 0,245) \text{ Мэв} \quad (4)$$

для $R_M > 0,3 \text{ г/см}^2$

$$E_M = 1,92R_M^{0,725} \text{ Мэв} \quad (5)$$

для $0,03 < R_M < 0,3 \text{ г/см}^2$

Для бета-спектров с очень малым значением максимальной энергии ($0,03 \text{ Мэв} < E_M < 0,15 \text{ Мэв}$) можно указать приближенное соотношение вида:

$$E_M = (6.67R_M + 0.0186) \text{ мэв}$$

(6)

для $0.002 < R_M < 0.020 \text{ г/см}^2$

Определение максимального пробега R_M методом полного поглощения. Метод непосредственного измерения максимального пробега по поглощению бета-частиц в веществе весьма прост, но применим лишь в случае чистых бета-излучателей. Допустимый уровень фона ядерного гамма-излучения или тормозного излучения должен составлять менее 0,5% от начальной бета-активности. В противном случае очень трудно определить толщину поглотителя, при которой прекращается регистрация бета-частиц. В качестве поглощающего материала обычно употребляется алюминий, для которого и были найдены соотношения (2 - 6).

В данном практикуме для абсорбционных измерений используется торцовый счетчик Т-25-БФЛ с тонким окошком.

Точечный источник исследуемого бета-излучения накрывается тонкую слюдяную пластинку, которая укреплена в плексигласовой кассете и устанавливается на определенную позицию столика для образцов. Расстояние между препаратом и счетчиком обычно не менее 3,0 см. В процессе работы измеряется скорость счета импульсов при различной толщине слоя поглотителя. Последнего достигают, складывая вместе различное число листов алюминиевой фольги и помещая их по возможности ближе к счетчику (на 1-ю или 2-ю позиции). Схема расположения счетчика, источника и поглотителя изображена на рис. 32. По мере увеличения толщины слоя алюминия скорость счета частиц N уменьшается и при больших толщинах d приближается к скорости счета фона N_f . Все измерения проводятся в свинцовом домике, обеспечивающем минимальный уровень фона. По результатам измерений строят график зависимости скорости счета от толщины поглотителя в простом масштабе, $N=f(d)$.

Для определения величины максимального пробега на график наносят прямую, соответствующую постоянному уровню фона, и из точки, в которой эта прямая касается экспериментальной кривой поглощения, опускают перпендикуляр на ось d . Полученный отрезок на оси абсцисс d_M еще не является величиной максимального пробега R_M , поскольку в последнюю также входят толщина слоя воздуха между препаратом и счетчиком и толщина окошка счетчика, $z = x_B + \rho_B \cdot d_{ст}$ (см. работу № 9, формула 7').

Таким образом, толщина поглотителя с учетом указанных поправок будет равна

$$d_{\text{полн}} = d_{\text{м}} + d_{\text{возд}} + d_{\text{ст}} = d_{\text{м}} + z \quad [\text{мг/см}^2] \quad (7)$$

Как упоминалось в предыдущей работе, лишь небольшая доля частиц проходит через поглотитель кратчайшим путем, падая перпендикулярно к его поверхности; пути большинства частиц наклонены. Поэтому следует рассматривать эффективную толщину поглотителя $d_{\text{эфф}}$, которая будет больше, чем $d_{\text{полн}}$, рассчитанная по формуле (7). Отношение $\frac{d_{\text{эфф}}}{d_{\text{полн}}}$ находится по таблице 3 (см. раб. № 9, стр. 34) в зависимости от величины телесного угла η . Для наших условий (6 позиция, $\eta \sim 0,03$) поправка на эффективную толщину поглотителя составляет приблизительно 1,03, так что:

$$d_{\text{эфф}} = 1,03 \cdot d_{\text{полн}} \quad (8)$$

Возможно, что введение поправки на эффективную толщину в этом методе не является строго обязательным, так как величина этой поправки, как правило, лежит в пределах точности абсорбционных измерений.

Наконец, нужно принять во внимание поглощение излучения в толще самого образца, так называемое самопоглощение (подробнее см. работу № 11). При абсорбционных измерениях приближенно принимают, что самопоглощение бета-излучения в препарате конечной толщины ($I_{\text{пр}} \sim d_{1/2}$) таково, как если бы бесконечно тонкий препарат был экранирован слоем поглотителя с толщиной, равной половине толщины самого препарата $\left(\frac{I_{\text{пр}}}{2}\right)$. Если этой величиной нельзя пренебречь, то она прибавляется к эффективной толщине поглотителя $d_{\text{эфф}}$. Однако в большинстве случаев для определения максимального пробега пользуются очень тонкими ($I_{\text{пр}} \ll d_{1/2}$) препаратами и влиянием самопоглощения излучения пренебрегают. Окончательно для толщины полного поглощения имеем:

$$d_{\text{полн}} = d_{\text{эфф}} + \frac{I_{\text{пр}}}{2} \quad (9)$$

Эту величину и принимают за максимальный пробег $R_{\text{м}}$. В условиях данного практикума для определения $R_{\text{м}}$ достаточно воспользоваться формулой:

$$R_M = d_{эфф} = 1,03 \cdot (d_M + z) \text{ мг/см}^2 \quad (10),$$

так как поправка на самопоглощение практически не влияет на результат.

Описанный метод имеет следующий недостаток. Так как число электронов с энергией, близкой к максимальной, невелико (см. рис. 31), а фон счетчика всегда составляет заметную величину, то место пересечения кривой поглощения с уровнем фона (конец) трудно установить с большой точностью. Кроме того, даже при полном поглощении бета-излучения скорость счета оказывается несколько больше, чем фон счетчика, и кривая поглощения вообще не касается горизонтальной прямой N_{ϕ} , а идет почти параллельно ей. Это вызывается вторичным рентгеновским (тормозным) излучением, возникающим в поглотителе под действием быстрых бета-частиц. Поэтому при определении толщины d_M , поглощающей все бета-излучение, можно допустить произвольную ошибку.

В настоящей работе рекомендуется последовательно увеличивая число алюминиевых пластинок, снимать кривую поглощения до тех пор, пока не будут получены три повторяющихся результата (в пределах статистических ошибок), т. е. пока не наступит колебание регистрируемой скорости счета около некоторого постоянного значения. Поскольку в ходе работы скорость счета обычно уменьшается на 2—3 порядка, желательно построить два графика $N=f(d)$, изобразив на втором графике только конец кривой в более крупном масштабе. По второму графику и определяется толщина d_M . Если по графику трудно найти эту величину, то можно принять ее как абсциссу второй точки из трех повторяющихся экспериментальных точек.

От найденного по формуле (10) значения R_M переходят к максимальной энергии E_M бета-спектра, воспользовавшись формулами (4), (5) или (6) или графиком, приведенным на рис. 37.

По величине E_M можно идентифицировать неизвестный изотоп, пользуясь таблицей изотопов. При идентификации изотопа рекомендуется дополнительно по первому (общему) экспериментальному графику определить толщину полупоглощения $d_{1/2}$. Эта величина находится непосредственно как толщина поглотителя, снижающая начальную скорость счета вдвое.

Значение E_M и $d_{1/2}$ дает возможность назвать исследуе-

мый радиоактивный изотоп, что и является конечной целью данной работы.

В заключение необходимо упомянуть о других методах определения максимальной энергии бета-спектра, использующих эффект поглощения бета-излучения в веществе.

Когда бета-распад сопровождается значительным фоном посторонних излучений (жесткого бета- или гамма-излучения) или, если характер работы допускает применение лишь слабых источников бета-частиц, метод полного поглощения не дает возможности получить надежные результаты.

С особой осторожностью следует относиться к наличию в препарате гамма-излучения. Последнее, в отличие от натурального фона, не дает неизменной загрузки счетчика на протяжении всего опыта снятия кривой поглощения. Сначала регистрируемый гамма-фон возрастает, пока полная толщина поглотителя не достигает величины пробега комптон-электронов, затем остается постоянным или даже убывает, если мягкая гамма-компонента испытывает заметное поглощение в слое вещества. Высокий уровень гамма-фона маскирует конечный участок кривой поглощения бета-частиц, в результате чего получаются сильно заниженные значения пробегов.

Чтобы устранить указанные затруднения пользуются сравнительным методом, позволяющим выражать пробег бета-частиц любого радиоактивного вещества через величину пробега стандартного бета-излучателя и оперировать преимущественно со средними участками кривых поглощения.

В сравнительном методе Физера [3] кривая поглощения неизвестного излучателя сравнивается с кривой поглощения стандарта, которым может служить любой чистый бета-излучатель, обладающий простым бета-излучением и нормальной формой спектра. Метод Физера дает возможность определить максимальную энергию бета-частиц с более высокой точностью, чем метод полного поглощения. Однако в данном руководстве мы не имеем возможности останавливаться на этом методе так же, как и на методе Харлея и Хальдена [4], использующем для определения E_m начальный участок кривой поглощения, полуэмпирическом методе Блойлера и Цунти [5] и др.

Несмотря на указанные недостатки рассмотренного метода полного поглощения, он остается наиболее простым и практически пригодным для оценки величины E_m в исследованиях, связанных с применением бета-излучающих радиоизотопов.

Принадлежности:

1. Установка Б-2, секундомер.
2. Торцовый счетчик Т-25-БФЛ в свинцовом домике.
3. Столик-подставка для препаратов и поглотителей.
4. Бета-радиоактивный препарат на слюде в плексигласовой кассете.
5. Эталон U^{238} .
6. Набор алюминиевых поглотителей толщиной $\approx 0,1$ мм.
7. Таблицы логарифмов, таблицы e^{-x} и e^x , таблица изотопов.
8. Миллиметровая бумага, лекало, линейка.

Упражнение 1

Определение максимальной энергии бета-спектра радиоактивного изотопа методом полного поглощения

После прогрева установки Б-2 проверяют правильность действия пересчетного прибора в течение 1 минуты. Затем измеряют эталон и сравнивают результаты измерения с данными предыдущих замеров. Если скорость счета при измерении эталона отличается более, чем на $3D_{\text{эт}}$ от среднего арифметического из всех показаний, то необходимо вновь снять счетную характеристику счетчика Т-25-БФЛ, выбрать оптимальное рабочее напряжение и снова измерить эталон. В случае неудовлетворительной характеристики (исчезновение плато, большой наклон плато и т. п.) счетчик следует заменить.

После контроля режима работы счетчика приступают к измерению фона. В упражнении требуется определить фон со статистической точностью не хуже 4% ($\delta_{\text{ф}} = 0,04$). Число импульсов, которое при этом следует набрать, определяется формулой

$$n_{\text{ф}} = \frac{1}{\delta_{\text{ф}}^2} \quad (\text{см. работу № 7}).$$

Кассету с радиоактивным препаратом устанавливают на 6-ю позицию и измеряют скорость счета бета-частиц в отсутствии поглотителя, пользуясь кратностью пересчета $k=64$. Для успешного выполнения работы начальная скорость счета должна составлять не менее 8000 *имп/мин*.

Помещая затем алюминиевую фольгу между препаратом и счетчиком на 1-ю или 2-ю позиции, вновь измеряют скорость счета. Продолжают увеличивать таким же способом слой поглотителя до тех пор, пока не прекратится спад скорости счета импульсов. По мере поглощения излучения длительность измерений должна возрастать с тем, чтобы общее число импульсов, зарегистрированное в течение отдельного измерения, составляло не менее 1000 (это обеспечивает статистическую

точность $\sim 3\%$). При этом, однако, время каждого измерения не должно быть менее 1 и более 20 минут.

При расчете толщины поглотителя следует воспользоваться соотношением $d = \frac{m}{S}$ (мг/см²), где m — масса одной алюминиевой пластинки, а S — ее площадь. Ориентировочно, толщина каждого фильтра составляет $d \approx 26$ мг/см². Общую толщину поглотителя находят суммированием толщины всех пластинок. Как указывалось выше, желательно провести измерения до получения трех повторяющихся (в пределах точности измерений) результатов.

Значения регистрируемых скоростей счета следует неpravильно лишь на мертвое время, а вычитание фона не производить.

Результаты измерений и расчетов сводят в таблицу 2.

Таблица 2

Определение слоя полного поглощения d_M бета-частиц в алюминии

Установка Б-2 № , Торпый счетчик Т-25-БФЛ

V_p вольт. $k=64$ $d_{ст}$ мг/см².

Позиция № $N_{ф}$ имп/мин.

№ п.п.	Толщина алюминиевого поглотителя, d_{Al} мг/см ²	Время от- дельного из- мерения t , мин.	Показания прибора а (в)	Общее число импульсов, n имп.	Скорость счета N имп/мин	Скорость счета, ис- правленная на мертвое время $N_{испр}$ имп/мин.	Относитель- ная ошибка $\delta = \frac{1}{\sqrt{n}} \cdot 100\%$
1	0						
2							
3							
и т. д.							

Толщина полного поглощения $d_M =$ мг/см².

Максимальный пробег β -излучения $R_M =$ мг/см².

Максимальная энергия β -спектра $E_M =$ мэв.

Толщина полупоглощения $d_{1/2} =$ мг/см².

Идентифицированный радионуклид

По данным таблицы 2 нужно построить два графика $N_{испр} = f(d_{Al})$: первый из них изображает всю кривую поглощения (от начала до конца), второй — конечную часть

кривой. На графиках проводят горизонтальные прямые, отвечающие уровню фона $N_{\text{ф}}$. По второму графику определяется величина d_m , а затем по формуле (10) — максимальный пробег R_m . В зависимости от величины R_m находят E_m по соответствующим формулам (4) или (5). По первому графику определяют толщину полупоглощения $d_{1/2}$, пользуясь начальным участком кривой.

Наконец, записав все полученные результаты и воспользовавшись таблицей изотопов, идентифицируют исследуемый радиоактивный изотоп.

Указания:

1. При пользовании формулой (10) учесть, что $z = d_{\text{ст}} + 1,29 \cdot x_{\text{возд}}$, где $x_{\text{возд}} = 3,0$ см для 6-й позиции.
2. Формулу (5) можно преобразовать в виду $\lg E_m = \lg 1,92 + 0,725 \lg R_m$, удобному для вычислений. Здесь также R_m выражено в г/см², а E_m в мэв.

Упражнение 2

Задача

При определении максимального пробега бета-частиц неизвестного радиоактивного изотопа получили значение $R_m = 660$ мг/см².

Найти максимальную энергию бета-спектра E_m данного радиоизотопа и вычислить во сколько раз ослабляет данное бета-излучение стеклянная пластинка толщиной в 1 мм.

Указания:

1. Плотность стекла взять равной 2,5 г/см³.
2. Толщину половинного поглощения бета-частиц определить приблизительно по графику на рис. 33 (стр. 28).

Ответ: \approx в 16 раз.

ЛИТЕРАТУРА

1. Бочкарев В., Кенрим-Маркус И. и др. «Измерение активности источников бета- и гамма-излучений». Изд. АН СССР, Москва, 1953 г.
2. С. М. Райский и В. Ф. Смирнов — «Физические основы метода радиоактивных индикаторов». ГИТТЛ, Москва, 1956 г.
3. Ан. Н. Несмеянов, В. Н. Баранов и др. — «Практическое руководство по радиохимии». Глава II, I. Госхимиздат, Москва, 1956.
4. J. H. Harley, N. Halliden. Nucleonics. 13. № 1. 32, 1955.
5. «Сборник практических работ по радиохимии». Изд-во Ленинградского университета, часть I. 1956.

РАБОТА № 11

САМООСЛАБЛЕНИЕ БЕТА-ИЗЛУЧЕНИЯ В ОБРАЗЦЕ. ОБРАТНОЕ РАССЕЯНИЕ БЕТА-ИЗЛУЧЕНИЯ ОТ ПОДЛОЖКИ ОБРАЗЦА

В работе изучаются два эффекта, существенно влияющих на результаты измерения активности исследуемых образцов: самоослабление бета-излучения в слое радиоактивного образца и обратное рассеяние бета-частиц от подложки (подкладки) образца.

Самоослабление бета-излучения в образце

При измерении активности бета-излучения образцов приходится учитывать эффект самоослабления, который заключается в том, что при использовании препаратов некоторой толщины испускаемые радиоизотопом бета-частицы поглощаются и рассеиваются в толще самого препарата, не доходя до его поверхности.

Предположим, что мы имеем несколько радиоактивных образцов одинаковых по площади, но различных по толщине (в $\text{мг}/\text{см}^2$); кроме того, допустим, что радиоактивные атомы в образцах распределены равномерно, а удельная активность всех образцов (число распадов в единицу времени на 1 г вещества) одна и та же.

На рис. 38 изображены 6 таких образцов, каждый из которых условно разбит на слои одинаковой толщины. Пусть каждый такой слой посылает в сторону счетчика одинаковое число частиц за данное время—на рис. 38 это показано тремя стрелками, исходящими с каждого слоя. Из первого и второго слоев на счетчик попадают все частицы (6 стрелок); из третьего слоя через препарат проходит лишь две трети направленного на счетчик бета-излучения—на рис. 38 из препарата № 3 выходит 8 стрелок вместо 9; четвертый по толщине препарат еще больше поглощает бета-частицы (прохождение показано 10-ю

стрелками из 12); из пятого, шестого и последующих слоев ни одна частица на счетчик уже не попадает—счетчик регистрирует для 5-го и 6-го образцов то же число частиц, что и для 4-го образца. Дальнейшее увеличение толщины препарата за счет наращивания новых слоев не меняет картины—скорость счета остается постоянной и определяется лишь радиоактивностью верхних слоев, суммарная толщина которых соответствует величине максимального пробега β -частиц данного радиоизотопа.

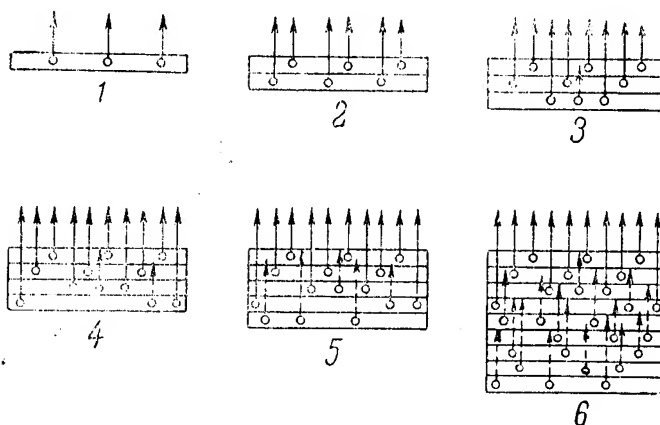


Рис. 38. Схема поглощения излучения в самом образце.

На рис. 39 графически изображена эта зависимость. На горизонтальной оси отложены толщины образцов l в мг/см^2 (в условном масштабе), а на оси ординат—соответствующие скорости счета J в имп/мин. В отсутствии самоослабления бета-излучения зависимость между скоростью счета (активностью) и толщиной образца должна быть выражена прямой, ибо общая активность пропорциональна толщине радиоактивного образца. На самом деле измеренная скорость счета, начиная с некоторой толщины будет меньше ожидаемой, и эта разница увеличивается с ростом толщины препарата (кривая ЛБВ). Отношение ординаты каждой точки экспериментальной кривой к соответствующей ординате прямой линии, показывающее, какая доля излучения регистрируется при данной толщине препарата, называется коэффициентом самоослабления.

Ослабление интенсивности излучения в веществе радиоактивного препарата является сложной комбинацией эффек-

тов саморассеяния и самопоглощения. Коэффициент самоослабления (менее строго его называть коэффициентом самопоглощения) определяется как отношение скорости счета источника данной толщины l к скорости счета непоглощающего источника. Если обозначить соответствующие скорости счета после введения поправок на мертвое время и фон через J и J_0 , то коэффициент самоослабления

$$s = \frac{J}{J_0} . \quad (1)$$

Величина коэффициента самоослабления помимо толщины препарата зависит также от атомного номера материала ис-

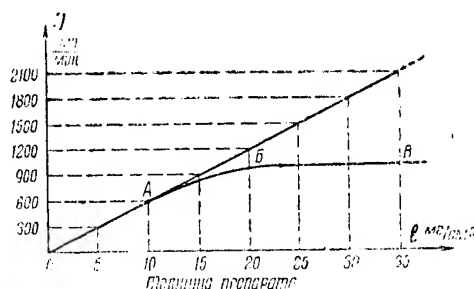


Рис. 39. Зависимость скорости счета от толщины препарата при постоянной удельной активности (кривая самоослабления).

точника и максимальной энергии бета-частиц. Точный вид зависимости коэффициента s от указанных факторов пока не установлен, поэтому учет самоослабления при измерении активности образцов (в тех случаях, когда это необходимо делать) должен быть проведен путем опытного определения коэффициента s для каждого изучаемого изотопа в отдельности и именно в том веществе (соединении), с которым предполагается работать.

Экспериментальное определение поправки на самоослабление проводится способом, аналогичным рассмотренному выше примеру. Препараты разной толщины, имеющие одну и ту же удельную активность, можно получить, например, путем осаждения из кратных объемов радиоактивного раствора. При этом нужно соблюдать условие, чтобы все образцы имели

одинаковую площадь и равномерное распределение активных атомов. К полученной кривой самоослабления проводят касательную в начале координат (рис. 39), по которой и находят значения J_0 —истинной скорости счета—для каждой толщины препарата, а затем и коэффициент s .

Рассматривая рис. 39, мы видим, что кривую самоослабления можно разбить на 3 участка: ОА, АВ и ВВ. Соответствующие этим участкам кривой препараты условно называют тонкими, средними и бесконечно толстыми.

На участке ОА (тонкие образцы) кривая самоослабления как-будто сливается с прямой, соответствующей истинной активности и, следовательно, поправку на самоославление можно не учитывать ($s=1$). Однако, на самом деле, при малых толщинах ($l \sim 3-10\% R_M$) кривая идет несколько выше прямой (это не показано на рисунке), что соответствует увеличению скорости счета по сравнению с истинным значением ($J > J_0$). Этот эффект объясняется фокусирующим действием материала образца, т. е. рассеянием бета-излучения, приводящим к увеличению числа частиц, направленных в сторону счетчика. Из-за рассеяния бета-излучения в препарате форма кривой самоослабления становится сложной и практически затруднительно определить направление касательной—касательная оказывается в то же время и секущей. При увеличении толщины препарата эффект самопоглощения перекрывает эффект фокусирования—кривая идет ниже прямой.

Участок ОА характерен для препаратов, толщина которых ориентировочно лежит в пределах $0 < l < d_{1/2}$. Если рассматривать очень тонкие образцы ($0 < l < 0,2d_{1/2}$), то в этом случае, как правило, поправки вводить не нужно, так как эффекты рассеяния и самопоглощения на таких толщинах сказываются еще слабо. Однако, если требуется высокая точность ($< 1\%$), то пренебрегать самоослаблением можно лишь при $l \sim 0,01d_{1/2}$.

Участок АВ кривой самоослабления обычно более протяженный, чем это показано на рис. 39. Эта часть кривой отвечает самопоглощению в образцах, толщина которых находится в широком интервале $d_{1/2} < l < R_M$ —средние образцы. Поправку на самопоглощение для средних образцов можно найти по графику вышеуказанным способом.

Достоверность графического определения коэффициента s и в этом случае ограничивается трудностями при проведении касательной к кривой самоослабления.

Выражение для коэффициента самоослабления на участке

АБ можно получить из теоретических соображений, если исходить из экспоненциального закона поглощения бета-лучей, который однако выполняется весьма приблизительно. Эта формула (мы здесь опускаем ее вывод) имеет вид:

$$\frac{J}{J_0} = s = \frac{1 - e^{-\mu l}}{\mu l} \quad (2)$$

Здесь μ — массовый коэффициент поглощения данного бета-излучения (в $\text{см}^2/\text{мг}$), а l — толщина препарата (в $\text{мг}/\text{см}^2$). Формулу (2) можно переписать в виде:

$$\frac{J}{J_0} = s = \frac{d_{1/2}}{0,693 l} \left(1 - 2^{-\frac{l}{d_{1/2}}} \right) \quad (2')$$

где $d_{1/2}$ — толщина половинного поглощения данного бета-излучения. Заметим, что будет более строго, если вместо l брать $l_{\text{эф}}$, которая определяется аналогично $z_{\text{эф}}$ (работа № 9). Соотношения (2) и (2'), выведенные в предположении справедливости экспоненциального закона поглощения, не учитывают также рассеяния бета-излучения в препарате и поэтому являются лишь грубым приближением. Пользование этими формулами оправдано только для препаратов указанной толщины ($d_{1/2} < l < R_M$).

Наконец, для бесконечно толстых образцов, толщина которых превосходит толщину максимального пробега бета-частиц, $l > R_M$, наступает «насыщение» (участок БВ на кривой рис. 39), т. е. скорость счета не зависит от толщины препарата, $J = J_\infty$. В этом случае трудно точно определить поправку на самоослабление в отдельно взятом образце. Однако при относительных определениях активности, если сравниваются два источника, имеющие «бесконечную» толщину, поправка находится сравнительно легко.

Пусть a_1 и a_2 — истинные активности первого и второго образцов, J_1 и J_2 — измеренные скорости счета после введения поправки на мертвое время и фон счетчика, l_1 и l_2 — толщины в $\text{мг}/\text{см}^2$ сравниваемых образцов. Тогда, поскольку активность образца пропорциональна его толщине, отношение активностей «бесконечно толстых» образцов выражается следующим образом:

$$\frac{a_1}{a_2} = \frac{J_1}{J_2} \cdot \frac{l_1}{l_2} \quad (3)$$

Следовательно, если оба препарата имеют одинаковую толщину, то их активности относятся как соответствующие скорости счета и, наоборот, при одинаковых скоростях счета активности препаратов относятся как их толщины.

Метод бесконечно толстых образцов чрезвычайно прост и поэтому часто применяется при сравнительных измерениях активности проб в исследованиях с применением меченых атомов. Однако для абсолютных измерений такой метод не годится.

Итак, в зависимости от толщины препаратов пользуются тем или иным способом введения поправки на самоослабление.

Обычно рекомендуется вести работу либо с очень тонкими образцами ($l < 0,2d_{1/2}$), для которых можно пренебречь эффектами самоослабления, либо с образцами, толщина которых является «бесконечно большой» ($l > R_m$).

Если по условиям опыта образцы имеют среднюю толщину ($d_{1/2} < l < R_m$), то поправка определяется по формуле (2) или путем предварительного эксперимента и построения графика самоослабления.

Поправка на самоослабление особенно существенна для изотопов, испускающих мягкое бета-излучение. Так, для C^{14} ($d_{1/2} = 2,7$ мг/см²) при $l = 0,2d_{1/2} \approx 0,5$ мг/см² отношение $\frac{J_0}{J}$ составляет $\sim 1,06$ (по данным конкретного опыта), а при $l = 4$ мг/см² $\frac{J_0}{J} = 1,58$. Если же по условию опыта требуется, чтобы самоослабление не превосходило 1% от скорости счета, то в случае C^{14} толщина препарата не должна превышать 25 мкг/см² ($l \sim 0,01 d_{1/2}$), т. е. образцы должны быть практически «невесомыми».

Для жесткого бета-излучения, например P^{32} , поправку на самопоглощение можно не принимать во внимание вплоть до толщины препаратов порядка 10—20 мг/см², допуская при этом ошибку в 4—6%. При $l = 1$ мг/см² поправка составляет менее 1% от скорости счета. Приготовление таких препаратов на практике не представляет труда.

Отсюда ясно, что для жесткого бета-излучения удобнее пользоваться методом «очень тонких образцов», в то время как метод «бесконечно толстых образцов» находит применение для изотопов, обладающих бета-излучением малой энергии.

И, наконец, поправку на самоослабление вообще не нужно вводить в случае одинаковой толщины (в мг/см^2) всех измеряемых образцов, если речь идет о сравнении их активностей (относительные измерения). Это, однако, относится только к препаратам, содержащим один и тот же радиоизотоп и измеряемым в тождественных условиях. Форма кривой самоослабления зависит от конкретных условий измерения — взаимного расположения препарата и счетчика, материала подложки и т. д., и нарушение стандартизации условий в течение измерений всей серии образцов влечет за собой различие в величине самоослабления.

Особо важным является учет поправки на самоослабление при сравнительных измерениях активности образцов, содержащих различные радиоизотопы, например Sr^{90} и Ca^{45} , P^{32} и S^{35} и т. п. Игнорирование эффекта самоослабления в этих случаях приводит к ошибочным результатам.

Рассмотрим несколько конкретных примеров.

Пример 1. Пусть исследуемый образец (почва), содержащий P^{32} , в виде сухой навески массой $m=2$ г помещен на круглую алюминиевую чашечку диаметром 2 см. Скорость счета образца составляет $J=1000$ *имп/мин*. Вычислить поправку на самоослабление и определить истинную скорость счета J_0 (для P^{32} принять $\mu=0,006$ $\text{см}^2/\text{мг}$).

Решение. Определяем толщину образца по формуле $l = \frac{m}{S}$, где S — площадь образца. Так как $S = \pi r^2 = 3,14$ см^2 , то $l = \frac{2000 \text{ мг}}{3,14 \text{ см}^2} = 636 \text{ мг/см}^2$. Следовательно, имеем случай $\frac{d}{S} < l < R_{\text{ч}}$ и образец является «средним». Если отсутствует экспериментальный график самоослабления, то коэффициент s определяем по формуле (2):

$$s = \frac{J}{J_0} = \frac{1 - e^{-\mu l}}{\mu l} = \frac{1 - e^{-3,82}}{3,82} = \frac{1 - 0,022}{3,82} = \frac{0,978}{3,82} \approx 0,256$$

Учитывая поправку на самоослабление и находим истинную скорость счета

$$J_0 = \frac{J}{s} = \frac{1000}{0,256} \approx 3906 \text{ имп/мин.}$$

Пример 2. Пусть сравниваются активности двух препаратов, один из которых содержит изотоп S^{35} , а другой — P^{32} .

Оба препарата представляют собой осадки по 0,1 г, равномерно распределенные по площади 5 см². Найти истинное отношение активностей данных проб, если скорости счета составляют: $J_{S^{35}} = 200$ имп/мин, $J_{P^{32}} = 500$ имп/мин.

Принять для S^{35} : $d_{1/2} = 3$ мг/см²; $R_M = 21$ мг/см²; $\mu = 0,230$ см²/мг;

для P^{32} : $d_{1/2} = 115$ мг/см²; $R_M = 780$ мг/см²; $\mu = 0,006$ см²/мг.

Решение. Для обоих препаратов $l = \frac{100}{5} = 20$ мг/см². В случае S^{35} ($3 < l < 21$ мг/см²) препарат является средним, и истинная скорость счета находится по формуле:

$$J_0 = \frac{J}{S} = 200 \frac{\mu l}{1 - e^{-\mu l}} = 200 \frac{4,60}{1 - e^{-4,60}} = 200 \cdot \frac{4,60}{1 - 0,01} = 200 \frac{4,6}{0,99} \approx 200 \cdot 4,65 = 930 \text{ имп/мин.}$$

Для бета-излучения P^{32} препарат является очень тонким ($l < 0,2d_{1/2}$) и поправку можно не учитывать (с погрешностью ~6%). Таким образом, истинное отношение активностей (скоростей счета) составляет:

$$\frac{J_{S^{35}}}{J_{P^{32}}} = \frac{930}{500} = 1,86.$$

в то время как отношение скоростей счета без учета самоослабления было равно 2,4, что могло, например, привести к ошибочному выводу о степени поступления фосфора и серы в исследуемые объекты.

Пример 3. Имеются два образца, содержащие Ca^{45} ($d_{1/2} = 5,5$ мг/см²; $\mu = 0,13$ см²/мг; $R_M = 57$ мг/см²).

Образцы представляют собой срезы из костной ткани площадью 2,5 см² и массой $m_1 = 300$ мг и $m_2 = 1200$ мг. Определить относительное содержание Ca^{45} в пробах, если: а) $J_1 = J_2$; б) $J_1 = 6000$ имп/мин, $J_2 = 500$ имп/мин.

Решение. Оба образца — бесконечно толстые, так как $l_1 = \frac{300}{2,5} = 120$ мг/см² и $l_2 = \frac{1200}{2,5} = 480$ мг/см² и, следовательно, выполняется условие $l > R_M$. В этом случае можно произвести сравнение активностей образцов, пользуясь соотношением (3).

Для условия а):

$$\frac{a_1}{a_2} = \frac{J_1}{J_2} \cdot \frac{l_1}{l_2} = 1 \cdot \frac{120}{480} = \frac{1}{4};$$

Для условия б):

$$\frac{a_1}{a_2} = \frac{6000}{500} \cdot \frac{120}{480} = 3.$$

Рассмотренный выше способ экспериментального определения поправки на самоослабление, как отмечалось, является весьма приближенным. Если требуется более точно определить поправку, пользуются следующим приемом.

Приготавливают серию препаратов одинаковой общей активности, но различной толщины. Таким образом, удельная активность препаратов в этом случае является величиной переменной. Это достигается, например, путем осаждения из растворов с одинаковым количеством радиоактивного изотопа, но различным количеством носителя. Результаты измерения этих источников после внесения соответствующих поправок на мертвое время и фон изображают в виде графика зависимости скорости счета от толщины препарата. Истинная скорость счета J_0 (без самоослабления) определяется экстраполяцией кривой к нулевой толщине препарата. На основе полученных данных строится новый график — зависимость коэффициента ослабления $\frac{J}{J_0}$ от толщины препаратов.

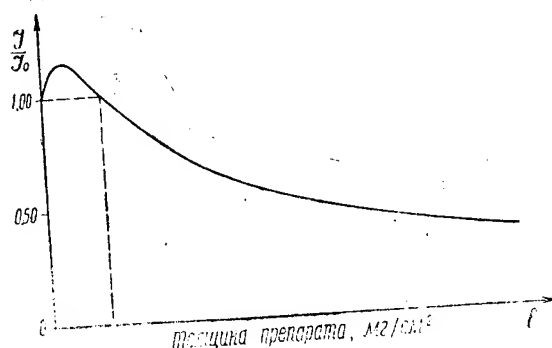


Рис. 40. Зависимость коэффициента самослабления от толщины препарата (препараты имеют одинаковую общую активность, но разное количество носителя).

По такому графику (см. рис. 40) непосредственно определяется поправка на самоослабление и более точно, чем в первом методе. Преимущество указанного метода особенно проявляется для тонких препаратов ($0 < l < d_{1/2}$), так как полученная кривая в этой области (обычно при $l \sim 3-10\% R_M$) имеет отчетливо выраженный максимум, обусловленный рассеянием бета-частиц в препарате. Этот эффект был замаскирован в ранее рассмотренном методе, что создавало неопределенность при определении поправки в данном интервале толщин. Метод соосаждения изотопа с носителем дает точные результаты при наличии исходного изотопа достаточной удельной активности, что позволяет приготовить первый препарат бесконечно тонким и правильно провести экстраполяцию к нулю.

Предлагаемое упражнение 1 предусматривает лишь качественное ознакомление с эффектом самоослабления бета-излучения в слоях радиоактивного образца.

Обратное рассеяние бета-излучения от подложки образца

Радиоактивные препараты, подлежащие измерениям, изготавливаются обычно либо в виде тонких слоев (осадков), нанесенных на фильтровальную бумагу, алюминиевую или стек-

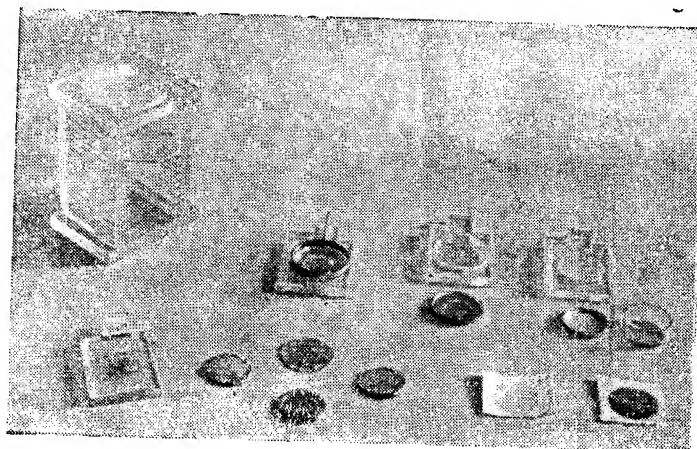


Рис. 41. Некоторые типы радиоактивных образцов (внешний вид) и подставок к ним. Слева вверху — столик-этажерка для образцов.

ляющую чашечки, либо, например, в виде навесок измельченного растительного вещества, почвы и т. п., которые помещаются в чашечки разных типов, целлофановые пакеты, кассеты из плексигласа и других материалов. Некоторые типы препаратов и подставки к ним изображены на рис. 41. В левом верхнем углу рисунка показан столик-этажерка для образцов, который используется во всех работах настоящего практикума.

Различие в толщине радиоактивных препаратов, как мы выяснили, сказывается на эффекте самоослабления.

Оказывается, что число бета-частиц, регистрируемых счетчиком, также зависит и от подложки, на которую нанесен препарат. Действительно, в результате процессов рассеяния, некоторая доля бета-частиц, испускаемых в направлении подложки, может отклоняться более, чем на 90° от своего

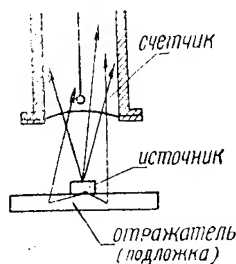


Рис. 42а. Схема обратного рассеяния бета-излучения от подложки.

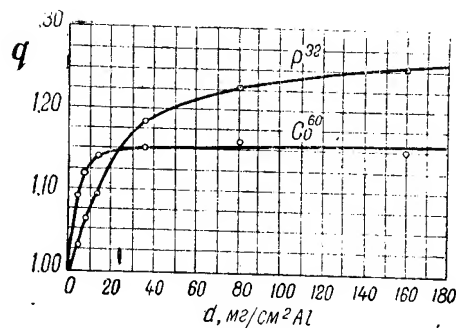


Рис. 42б. Зависимость обратного рассеяния от толщины алюминиевой подложки, $d = f(d)$.

первоначального пути, т. е. по существу отражаться обратно атомами подложки. Это приводит к нарушению изотропного распределения бета-излучения по углам. В результате обратного рассеяния увеличивается число бета-частиц, вылетающих в сторону счетчика, а вместе с тем увеличивается и скорость счета импульсов (см. рис. 42а).

Эффект обратного рассеяния бета-излучения от подложки препарата исследовался рядом авторов. Результаты дают зависимость коэффициента обратного рассеяния от толщины d и атомного номера Z подложки, максимальной энергии бета-спектра E и т. д., причем под коэффициентом обратного рассеяния q понимается отношение скорости счета

от препарата с подложкой J_q к скорости счета без подложки J_0 .

$$q = \frac{J_q}{J_0} = \frac{J_0 + \Delta J_0}{J_0} \quad (4)$$

где ΔJ_0 —приращение скорости счета в результате обратного рассеяния бета-частиц; очевидно, что $q \geq 1$.

Рассмотрим, как зависит коэффициент обратного рассеяния q от d , Z и E . Эта зависимость изображена на рис. 42 б, в, г.

Кривые $q=f(d \text{ мг/см}^2)$ при постоянных значениях Z и E_M (рис. 42 б) показывают, что интенсивность обратно отраженного излучения увеличивается с толщиной подложки и достигает насыщения при толщинах, равных приблизительно $0,2 R_M$ —максимального пробега бета-частиц в подложке. На рисунке это иллюстрируется кривыми для бета-излучения P^{32}

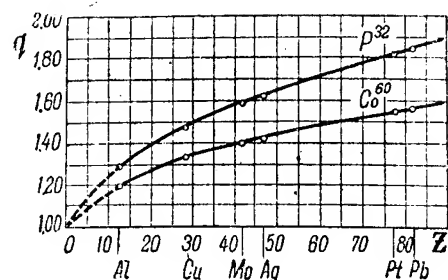


Рис. 42в. Зависимость обратного рассеяния от атомного номера вещества подложки, $q=f(Z)$.

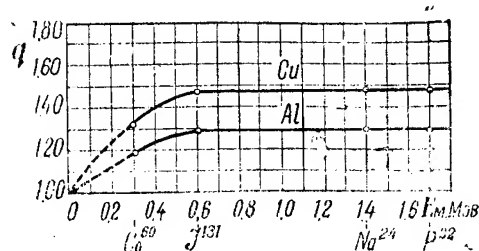


Рис. 42г. Зависимость обратного рассеяния от максимальной энергии β -спектра, $q=f(E_M)$.

и Co^{60} , полученными при измерении обратного отражения от алюминиевой подложки.

При толщине подложек, равной слою насыщения, обратное рассеяние возрастает с увеличением атомного номера Z вещества подложки. Помещая под образец, нанесенным на тонкую органическую пленку, подложки из алюминия, меди, серебра, платины, свинца и т. д., мы замечаем монотонное увеличение скорости счета. Для подложек из тяжелого материала коэффициент обратного рассеяния q может принимать значения до 2,0 и даже более в случае бета-излучения большой жесткости. Рис. 42 иллюстрирует зависимость $q=f(Z)$ при $d \geq d_{\text{нас}}$ для случаев P^{32} и Co^{60} .

Если подложкой служит не элементарное вещество, то принимается во внимание средний эффективный атомный номер подложки. Установлено, что вероятность акта обратного отражения пропорциональна \sqrt{Z} . Поэтому для вычисления среднего эффективного атомного номера подложки по отношению к обратному рассеянию бета-частиц следует применять формулу:

$$Z_{\text{ср}} = \left(\frac{\sum n_i \sqrt{Z_i}}{\sum n_i} \right)^2, \quad (5)$$

где n_i — число атомов элемента с порядковым номером Z_i в молекуле вещества подложки.

При исследовании зависимости q от максимальной энергии бета-спектра наблюдается возрастание q с ростом энергии приблизительно до $E_m = 0,6 \text{ мэв}$, после чего q остается практически постоянным (рис. 42 г). Такой вид зависимости $q=f(E_m)$ объясняется поглощением обратно-рассеянного излучения по пути в счетчик, которое преобладает для бета-частиц малых энергий.

Эффект обратного рассеяния необходимо учитывать, когда по условиям опыта приходится измерять образцы, нанесенные на разные (по толщине или по атомному номеру) подложки, а в случае одинаковых подложек — если сравниваются активности образцов, содержащих различные изотопы.

Заметим, что коэффициент обратного рассеяния уменьшается, если возрастает толщина препарата l , так как отраженное от подложки излучение поглощается в слое самого образца. При $l \geq 0,2 R_m$ отражение от подложки перестает ска-

зываются и для достаточно толстых препаратов может не учитываться.

Увеличение скорости счета из-за обратного рассеяния зависит также и от конкретных условий измерения, в частности от телесного угла окошка счетчика Ω (так как отраженное излучение не изотропно), от толщины окошка (стенки) счетчика и слоя воздуха между препаратом и счетчиком и т. д.

Таким образом, мы видим, что факторы обратного рассеяния от подложки, самоослабления в образце, а также поглощения бета-излучения на пути от препарата к счетчику тесно связаны между собой, влияют друг на друга и, в свою очередь, зависят от геометрических условий опыта. Указанные эффекты, вообще говоря, нельзя рассматривать изолированно друг от друга. Поэтому нарушение хотя бы одного из стандартных условий измерения серии радиоактивных образцов (замена счетчика, изменение расстояния препарат-счетчик, наличие различных по толщине препаратов, использование неодинаковых подложек и т. п.) требует введения всех необходимых поправок.

Взаимосвязь большинства факторов, влияющих на скорость счета, является также причиной, в силу которой обычно не рекомендуется при определении той или иной поправки пользоваться литературными данными. Наиболее достоверными следует считать те результаты, которые учитывают поправки, найденные экспериментально в данных конкретных условиях основного опыта.

Для экспериментального определения коэффициента обратного рассеяния q изготавливается образец в виде тонкого слоя, нанесенного на органическую пленку или другую очень тонкую подложку из вещества с малым атомным номером; иногда для этой цели пользуются тонкими (≈ 1 мг/см²) пластинками слюды или папиросной бумаги. Активность образца измеряется в стандартных (для основного опыта) условиях измерения. Сначала измеряется скорость счета без подложки, а затем—скорость счета с подложкой, распложенной вплотную под источником. Отношение второй величины к первой дает коэффициент отражения q .

Следует иметь в виду, что если расстояние от тонкого препарата на пленке до дна домика меньше 30—40 мм, то при определении поправки на обратное рассеяние может быть допущена существенная ошибка, обусловленная отражением бета-частиц от дна домика или подставки.

Для изотопов с мягким бета-излучением (S^{35} , C^{14}) определение поправки на обратное рассеяние требует особо тонкой методики и высокой статистической точности.

Явление обратного рассеяния бета-излучения широко используется на практике, например при определении толщины различного рода покрытий в металлургической, лакокрасочной промышленности и др. отраслях народного хозяйства.

Принадлежности:

1. Установка Б-2, секундомер.
2. Торцовый счетчик Т-25-БФЛ в свинцовом домике.
3. Столик-подставка для препаратов и отражателей.
4. Набор листов фильтровальной бумаги, пропитанной радиоактивным раствором (W^{185} или Ca^{45}).
5. Плексигласовая кассета с зажимным кольцом для крепления образцов из фильтровальной бумаги.
6. Препараты S^{35} , Ca^{45} , W^{185} , Tl^{204} , P^{32} на тонкой слюдяной подложке. Эталон U^{238} .
7. Набор алюминиевых отражателей (по 26 мг/см²).
8. Толстые подложки из алюминия, железа, меди, свинца, плексигласа.
9. Миллиметровая бумага, лекало, линейка.

Упражнение 1

Снятие кривой самоослабления бета-излучения при постоянной удельной активности препарата

После измерения эталона определяют фон с той кассетой, в которую будут помещаться образцы. Затем берут набор листиков фильтровальной бумаги, просушенных после нанесения стандартного объема радиоактивного раствора вольфрама—185 (или кальция—45). Толщина листка l в мг/см² определяется как отношение его массы к площади. Первый слой (листок) активной бумаги зажимают в кассете при помощи кольца и выбирают позицию с таким расчетом, чтобы скорость счета составляла около 1000 *имп/мин*.

Требуется произвести измерения скорости счета от одного, двух, трех и т. д. слоев активной бумаги. Продолжительность измерений определяется условием, чтобы ошибка при регистрации скорости счета препарата вместе с фоном составляла не более 2%. Измерения заканчивают после того, как будут получены два—три повторяющихся результата, что свидетельствует о достижении слоя «бесконечной толщины». Результаты измерений представляют в виде таблицы 1.

Таблица 1
Самоослабление бета-излучения в образцах разной толщины
при постоянной удельной активности

Установка Б-2 № Счетчик Т-25-БФЛ $\kappa=64$
Позиция № $N_{\phi} =$ имп/мин. Изотоп

Число радиоактивных слоев	Суммарная толщина препарата l мг/см ²	Время измерения t мин.	Общее число импульсов n имп	Скорость счета N имп/мин	С учетом поправки на мертвое время $N_{испр}$ имп/мин	С учетом фона $J=N_{испр}-N_{\phi}$ имп/мин
1						
2						

По данным таблицы 1 строят график зависимости скорости счета J от суммарной толщины препарата l .

Пользуясь полученным графиком, определить коэффициент самоослабления s для толщины $l=0,25 R_M$. Ту же величину рассчитать при помощи формулы (2) или (2') и сравнить с полученным ранее результатом.

При этом удобно пользоваться таблицей 2, дающей значения коэффициента s в зависимости от отношения $\frac{l}{d_{1/2}}$

Таблица 2

Фактор самоослабления s бета-лучей в образце

$\frac{J}{J_0} = s = \frac{d_{1/2}}{0,693 l} \left(1 - 2^{-\frac{l}{d_{1/2}}} \right)$ где l — толщина слоя образца в мг/см² и $d_{1/2}$ — толщина половинного ослабления β -частиц в мг/см² для данного изотопа. Пользование данными таблицы оправдано при выполнении условия $d_{1/2} < l < R_M$.

$l/d_{1/2}$	s	$l/d_{1/2}$	s
0,5	0,845	5,5	0,257
1,0	0,721	6,0	0,237
1,5	0,621	6,5	0,220
2,0	0,540	7,0	0,205
2,5	0,476	7,5	0,192
3,0	0,421	8,0	0,180
3,5	0,376	8,5	0,169
4,0	0,339	9,0	0,159
4,5	0,307	9,5	0,151
5,0	0,281	10,0	0,143

Упражнение 2

Изучение обратного рассеяния бета-излучения
от подложки образца

1. Определить фон с точностью порядка 5%. Измерить с 6-й позиции скорость счета препарата P^{32} сначала без подложки, а затем с подложками различной толщины, складывая последовательно один, два, три и т. д. листочка алюминиевой фольги толщиной 26 мг/см². Подложки помещаются на одну позицию ниже кассеты с препаратом так, что между препаратом и подложкой остается небольшой зазор ($\sim 0,5$ мм). Продолжительность измерений — 3 минуты. Наблюдения продолжать до тех пор пока не наступит насыщение обратного рассеяния. Результаты измерений занести в таблицу 3 и построить график зависимости коэффициента обратного отражения q от толщины алюминиевой подложки d (мг/см²). Определить толщину слоя насыщения $d_{\text{нас}}$ и выразить ее в долях максимального пробега R_M .

Таблица 3

Зависимость коэффициента обратного рассеяния от толщины подложки

 $q = f(d)$ Препарат P^{32} Позиция № 6. $Z_{Al} = 13$; $E_M = 1,7$ мэв.; $N_{\Phi} = \dots \dots \dots$ имп/мин

№№ п/п	Толщина подложки d_{Al} мг/см ²	Время изме- рения t мин	Δ (в) п имп	N имп/мин	$N_{\text{испр}}$ имп/мин	$J = N_{\text{испр}} - N_{\Phi}$ имп/мин	$q = \frac{J}{J_0}$
1	0	3					1,00
2	26	3					
3	52	3					
.....							
.....							

 $d_{\text{нас}} = \dots \dots \dots$ мг/см² = $\dots \dots \dots$ (в долях R_M). $\phi_{\text{нас}}$ (при $d = d_{\text{нас}}$) = $\dots \dots \dots$

2. В тех же условиях измерить скорость счета бета-излучения P^{32} с подложками из различных материалов: Al, Fe, Cu, Pb. Измерить скорость счета с толстой плексигласовой подложкой. Толщина всех подложек должна быть больше слоя насыщения ($d > d_{\text{нас}}$). Данные свести в таблицу (см. таблицу 4). Определить коэффициент q , приняв за J_0 скорость счета без подложки.

Построить кривую зависимости коэффициента обратного рассеяния от материала подложки, откладывая по оси абсцисс атомный номер вещества подложки Z . По графику определить средний эффективный атомный номер $Z_{\text{ср}}$ плексигласа.

Таблица 4
Зависимость коэффициента обратного рассеяния от материала подложки

$q = f(Z)$; препарат P^{32} ; позиция № 6.

$d > d_{\text{нас}}$; $E_m = 1,7$ мэв.; $N_{\Phi} = \dots \dots \dots$ имп/мин

$N_{\Phi} N_0$ п/п	Материал подложки	Атомный номер Z	t мин.	a (b)	p имп.	N имп/мин.	$N_{\text{испр}}$ имп/мин.	$J = \frac{N_{\text{испр}}}{N_{\Phi}}$	$q = \frac{J}{J_0}$
1	Без под- ложки	—	3						1,00
2	Al	13	3						
3	Fe	26	3						
4	Cu	29	3						
5	Pb	82	3						
6	Плексиглас	?	3						

3. Измерить скорость счета препаратов S^{35} , Ca^{45} , W^{185} , Tl^{204} , P^{32} без подложек и с подложками из толстого алюминия ($d > d_{\text{нас}}$).

Результаты измерений представить в виде таблицы (см. таблицу 5). Построить график зависимости коэффициента обратного рассеяния от максимальной энергии бета-спектра.

Указание: коэффициент обратного рассеяния q находится как отношение скорости счета с подложкой к соответствующей скорости счета без подложки для каждого изотопа.

Таблица 5

Зависимость коэффициента обратного рассеяния от максимальной энергии бета-излучения

$\eta = f(E_M); d > d_{\text{нас}}; Z = 13 (\text{Al}).$

Позиция № 6. $N_{\Phi} = \dots \dots \dots$ имп/мин.

N_{Φ} п/п	Изотоп	Максимальная энергия β -спектра, E_M , мэв	Наличие подложки	t мин.	a (b)	n имп	N имп/мин	$N_{\text{испр}}$ имп/мин	$J = N_{\text{испр}} - N_{\Phi}$ имп/мин	q
1	S^{35}	0,169	Без подложки							
			С подложкой							
2	Ca^{45}	0,256	Без подложки							
			С подложкой							
3	W^{185}	0,430	Без подложки							
			С подложкой							
4	Ti^{204}	0,765	Без подложки							
			С подложкой							
5	F^{32}	1,71	Без подложки							
			С подложкой							

ЛИТЕРАТУРА

1. Бочкарев В., Кеirim-Маркус И., Львова М. и др.— «Измерение активности источников бета- и гамма-излучений», изд-во АН СССР, Москва, 1953.
2. Кеirim-Маркус И., Львова М. «Метод абсолютных измерений активности источников бета-излучения с помощью торцовых счетчиков». Сборник «Исследования в области дозиметрии ионизирующих излучений». Изд-во АН СССР, Москва, 1957.
3. Целищев С. П.— «Некоторые вопросы методики применения радиоактивных индикаторов в агробиологии». Известия ТСХА, 2, 1954 г.

РАБОТА № 12

ИЗМЕРЕНИЯ МАЛЫХ АКТИВНОСТЕЙ ПРИ ПОМОЩИ ГАЗОПРОТОЧНОГО СЧЕТЧИКА ТИПА СОТ-30-БФЛ

Минимальные уровни активности, измеряемые торцовым счетчиком. В практике исследований с применением метода меченых атомов нередко приходится иметь дело с образцами, содержащими небольшое количество радиоизотопа. При измерении активности этих образцов на счетной установке с торцовым (или цилиндрическим) счетчиком часто получают результаты, сравнимые с уровнем натурального фона счетчика или превосходящие фон лишь в несколько раз.

Например, если фон счетчика составляет 30 *имп/мин*, а скорость счета препарата вместе с фоном $N=50$ *имп/мин*, то такой препарат является малоактивным и для точного измерения его активности требуется длительное время. Пользуясь

формулой $t = \frac{N + \sqrt{NN_{\phi}}}{N_{\text{пр}}^2 \delta_{\text{пр}}^2}$ (см. работу № 7), найдем, что вре-

мя, необходимое для измерения активности этого препарата с точностью 5% ($\delta_{\text{пр}}=0,05$), составляет 89 минут.

Не говоря уже о том, что трудно позволить себе такой нерациональный расход времени, следует также иметь в виду возможные вариации уровня фона за столь продолжительное время. Поэтому практически невозможно получить достаточно точные результаты при работе с подобными слабоактивными препаратами, если не принять специальных мер для повышения эффективности регистрации испускаемого ими излучения.

Забегая вперед (см. работу № 13), примем ориентировочно, что эффективность счета бета-частиц P^{32} (жесткое излучение) для торцового счетчика Т-25-БФЛ и некоторого стандартного положения препарата (4-я позиция столика) составляет $\phi=0,1$. Это значит, что если содержащий P^{32} препарат имеет активность $A = 1$ *мккюри*, т. е. излучает в про-

странство $N_0 = 2,22 \cdot 10^6$ частиц в минуту, то измеряемая скорость счета составляет при этом $N = \phi N_0 = 2,22 \cdot 10^5$ *имп/мин.*

Если за нижний предел скорости счета, которую можно достоверно определить при измерении активности препаратов методом торцового счетчика, принять величину $N_{\min} = 3N_{\phi}$, то нетрудно оценить минимальный уровень активности препарата, характеризующий чувствительность этого метода. Для случая, когда $N_{\phi} = 30$ *имп/мин.*, имеем $N_{\min} = 90$ *имп/мин.*, а после вычитания фона получим $N_{\text{пр } \min} = 60$ *имп/мин.* Поделив теперь последнюю величину на $2,22 \cdot 10^5$, найдем минимальную активность образца, которую можно определить торцовым счетчиком в этих условиях:

$$A_{\min} \approx 2,7 \cdot 10^{-4} \text{ мккюри} = 2,7 \cdot 10^{-10} \text{ кюри.}$$

Располагая препараты ближе к счетчику и пользуясь счетчиками с большим диаметром входного окна, можно увеличить эффективность счета и тем самым повысить чувствительность метода. С другой стороны, для изотопов, характеризующихся малой энергией бета-частиц (C^{14} , S^{35} и др.), значение A_{\min} существенно возрастает (ввиду малой эффективности счета), что ограничивает возможности метода торцового счетчика.

Обычно считают, что при помощи торцовых счетчиков с тонким окном можно измерять минимальные уровни активности порядка $2 \cdot 10^{-10}$ — 10^{-9} *кюри* в зависимости от энергии бета-излучения. Однако в ряде случаев требуется измерять более низкие уровни активности и это осуществляется при помощи счетчиков специальной конструкции.

Газопроточный счетчик СОТ-30-БФЛ. Этот счетчик сконструирован в Биофизической лаборатории ТСХА и предназначен для измерения малых активностей в препаратах, испускающих мягкое бета- (или альфа-) излучение. Счетчик СОТ-30-БФЛ позволяет измерять уровни активности исследуемых проб порядка 10^{-10} *кюри*. При энергии бета-излучения более 150 *кэв* счетчик допускает измерение активности $2 \cdot 10^{-11}$ *кюри* (0,74 распада в секунду).

Такая высокая чувствительность объясняется следующими особенностями конструкции счетчика: а) входное окно счетчика СОТ-30-БФЛ «открыто» для ядерных частиц, т. е. не имеет преграды, поглощающей излучения радиоактивных атомов; б) геометрический фактор ($\eta \approx 0,4$ — $0,15$) достаточно велик, так как препарат помещается непосредственно у «входа» в

счетчик — такие конструкции иногда называют « 2π -счетчиками», имея в виду регистрацию частиц в пределах половины полного телесного угла $\Omega=4\pi$, хотя этот телесный угол, как правило, менее 2π ; в) наличие счетчика с малой длиной нити (10—12 мм) и массивная свинцовая защита обеспечивают низкий уровень фона (≈ 12 —15 *имп/мин*). Эти особенности счетчика СОР-30-БФЛ позволяют регистрировать не только жесткое, но и мягкое бета-излучение (а также альфа-излучение) с высокой эффективностью счета ф.

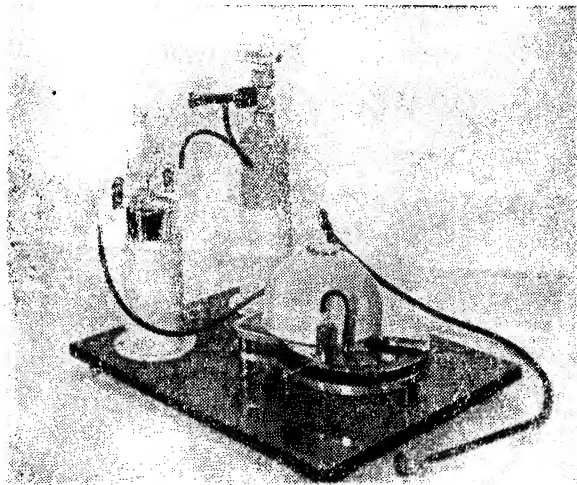


Рис. 43. Внешний вид счетчика СОР-30-БФЛ. Вызывается экспериментально-механической мастерской ТСХА.

Внешний вид счетчика СОР-30-БФЛ представлен на рис. 43. На эбонитовой доске размещаются: 1) торцовый счетчик специальной конструкции, имеющий открытое окно и работающий в режиме непрерывного тока газовой смеси — газопроточный счетчик; 2) баллон с гелием, имеющий редуктор для плавной подачи газа в смеситель; 3) сосуд Дюара, в котором находится смеситель — стеклянная пробирка особой конструкции, наполняемая смесью этилового спирта и диэтилового эфира в определенном соотношении. Баллон, смеситель и собственно счетчик соединены последовательно резиновыми трубками. Посредством высоковольтного

кабеля счетчик соединяется с пересчетным прибором (установкой Б или Б-2).

Основной блок установки СОР-30-БФЛ — газопоточный счетчик изображен на переднем плане рис. 43. Он состоит из трех дисков: верхний и нижний неподвижные диски—стальные, средний вращающийся диск—из плексигласа.

В верхнем диске укреплен на резьбе в сквозном отверстии торцовый счетчик с открытым окном—стальной никелированный цилиндр с внутренним диаметром 30 мм и высотой 20 мм. Сверху в цилиндр ввернута пластмассовая втулка, в которой при помощи гайки крепится высоковольтный провод. Анодом счетчика служит вольфрамовая нить длиной 10—12 мм, укрепленная в медной трубочке, зажатой в высоковольтном контакте. Как всегда, нить внизу оканчивается стеклянной бусинкой. На втулку навинчивается предохранительная плексигласовая крышка.

Газ поступает в счетчик непрерывно из смесителя по резиновой трубке через входной штуцер и выходит по канавке, выточенной в нижней стенке верхнего диска, через другой штуцер в выхлопную пробирку (видна на переднем плане).

В центре диска имеется отверстие, в котором проходит фигурный болт, скрепляющий все три диска прибора. Диск имеет секторный вырез для установки чашечки с измеряемым образцом в лунку среднего диска. На верхнем диске также укреплен штеккер для подключения высоковольтного кабеля; штеккер соединен изолированным проводом с анодом счетчика. Корпус счетчика заземляется вместе с экраном кабеля. Торцовый счетчик закрыт свинцовой защитой в виде разборного полушара, образующего «домик» с толщиной стенок 5 см.

Средний вращающийся диск представляет собой столик для образцов и имеет 6 круглых выточек—лунок глубиной 8 мм и диаметром 30 мм каждая. В лунки поочередно помещаются чашечки с радиоактивными образцами. Средний диск вращается вокруг оси фигурного болта и подводит образцы непосредственно под счетчик для измерения их активности. Когда прибор собран, одна лунка находится в центре секторного выреза, другая—под окном счетчика, а остальные четыре—между ними. Сбоку плексигласовый диск имеет 6 ручек для поворота и металлический фиксатор поворота на 60°. Поверхности верхнего и среднего дисков тщательно притерты. Для большей гарантии от утечки газа необходимо сма-

зывать поверхности дисков вакуумной смазкой или вазелином.

Нижний стальной диск является опорным и имеет три ножки для крепления к общей подставке. В центральное отверстие нижнего диска проходит фигурный болт и крепится снизу гайкой. Нижний и верхний диски жестко связаны между собой и образуют поверхности, по которым перемещается средний диск.

Смеситель представляет собой стеклянную пробирку, наполняемую смесью этилового спирта и диэтилового эфира в объемном соотношении 96% и 4% соответственно. Смесью абсолютного спирта (чистоты 99,6%) и абсолютного эфира в указанном соотношении заранее приготавливается в отдельном сосуде. В пробирку наливается примерно 20—30 см³ смеси.

Через отросток, на который надевается резиновая трубка, в пробирку поступает из баллона гелий. Гелий проходит по внутренней трубке смесителя и выходит пузырьками в наружный сосуд, содержащий смесь спирта и эфира. Проходя через смесь, гелий обогащается парами спирта и эфира, после чего уже готовая газовая смесь, содержащая основную и гасящую компоненты, поступает по резиновой трубке в проточный счетчик. В смесителе поддерживается постоянство уровня жидкости, которая автоматически пополняется по центральной трубке из верхнего закрытого резервуара.

Чтобы обеспечить постоянство давления гасящей компоненты в счетчике, рекомендуется поддерживать неизменной температуру смеси, для чего смесительную пробирку помещают в сосуд Дюара, наполнив его предварительно кусочками льда. Однако проточный счетчик хорошо работает и при постоянной комнатной температуре смеси. В этом случае лишь возрастает начальный потенциал счета и смещается плато счетчика в сторону больших напряжений. Длина и наклон плато при этом не меняются.

Сосуд Дюара со смесителем помещается в цилиндрической подставке.

Баллон с гелием имеет емкость 0,7 литра и рассчитан на давление до 150 атм. Рекомендуется применять гелий высокой очистки (99,96%). Для плавной регулировки подачи газа в систему служит редуктор, который навинчивается на штуцер баллона. Сначала открывают верхний кран баллона, а затем осторожно вращают винт редуктора, пока в смесителе не появятся пузырьки газа (необходимо, конечно, открыть краны смесителя).

Предварительный продув проточного счетчика осуществляется при сравнительно большой скорости тока гелия до тех пор, пока счетная установка не начнет регистрировать импульсы, вызванные излучением радиоактивного образца. После этого уменьшают ток газа, добиваясь прохождения 5—10 пузырьков в секунду в смесительной и выхлопной пробирках. При непрерывной работе расход газа составляет около 1 литра в час.

Выхлопная пробирка, укрепленная на верхнем диске счетчика, служит для контроля тока газа через проточный счетчик. Она заполняется наполовину этиловым спиртом. Проходя пузырьками через жидкость, отработанный газ выходит из отверстия в верхней части пробирки. Отсутствие пузырьков газа свидетельствует об его утечке, которую необходимо устранить.

Укажем некоторые технические данные и условия эксплуатации счетчика ССТ-30-БФЛ:

1. Напряжение начала счета при $t_{\text{смеси}} = 20^\circ\text{C}$ 1700 в.
при $t_{\text{смеси}} = 0^\circ\text{C}$ 1400 в.
2. Наименьшая протяженность плато 200 в.
3. Наибольший наклон плато 1,5%/в на 100 в.
4. Наибольший фон в свинцовой защите 15 *имп/мин*.
5. Напряжение питания на нить счетчика подается от высоковольтного выпрямителя установки типа Б или Б-2 через блок БГС и высоковольтный кабель. Счетчик также может работать с любым пересчетным прибором, у которого возможно заземление отрицательного полюса высокого напряжения.
6. Положение плато счетной характеристики и, следовательно, рабочее напряжение может смещаться в сторону больших или меньших напряжений \sim на 300 вольт в зависимости от температуры жидкости в смесителе, количества ее и скорости тока газа. Перед работой необходимо снять счетную характеристику при постоянстве вышеуказанных факторов и выбрать оптимальное рабочее напряжение.
7. Амплитуда импульса, снимаемого с нити проточного счетчика, в области плато не ниже 0,4 в.
8. Мертвое время счетчика равно $3-4 \cdot 10^{-4}$ сек.
9. Состав смеси: абсолютный этиловый спирт (чистоты 99,6%) 96%;
абсолютный серный эфир 4%.
10. Расход гелия при непрерывной работе составляет около 1 л/час.

11. Счетчик позволяет измерять активность 6 образцов, помещаемых в лунки поворотного диска.

12. Поглощение альфа- и бета-излучения, идущего от образца в счетчик, очень мало. При измерениях бета-излучений малой энергии (радиоизотопов C^{14} , S^{35} и др.) счетчик регистрирует около 90% бета-частиц, испускаемых образцом в направлении окна счетчика.

13. Счетчик СОР-30-БФЛ позволяет регистрировать часть бета-излучения трития (H^3 , $E_m = 0,018$ мэв) в случае, если образец расположен на расстоянии не более 5 мм от окна счетчика.

14. Счетчик допускает измерение активности порядка 10^{-10} кюри со статистической точностью $\pm 4\%$ в течение 10 минут.

15. Образцы, содержащие активность $2 \cdot 10^{-11}$ кюри, могут быть измерены со статистической точностью $\pm 10\%$. Для изотопов, испускающих жесткое бета-излучение (например, P^{32}), точность измерения малых активностей значительно улучшается.

16. Срок службы счетчика СОР-30-БФЛ неограничен. При наличии гелия в баллоне и смеси спирта и эфира в пробирке счетчик постоянно готов к работе.

Счетчики СОР-30-БФЛ изготавливаются экспериментально-механическими мастерскими ТСХА [2].

Принадлежности:

1. Установка Б-2, секундомер.
2. Торцовый счетчик Т-25-БФЛ с подставкой в свинцовом домике.
3. Газопоточный счетчик СОР-30-БФЛ в полном комплекте («2-счетчик»); лед.
4. Препараты S^{35} и P^{32} на алюминиевых чашечках; эталон U^{238} .
5. Тонкая алюминиевая подставка (26 мг/см²).

Упражнение 7

Работа со счетчиком СОР-30-БФЛ

Работа ведется по группам из 4—5 курсантов, которым выделяется один счетчик СОР-30-БФЛ.

Во время знакомства с устройством прибора проверяют наличие жидкой смеси в смесителе и выхлопной пробирке, наполняют льдом сосуд Дюара, открывают краны смесителя и подсоединяют все резиновые коммуникации.

Закрыв предварительно кран редуктора, осторожно открывают (не полностью) кран гелиевого баллона, после чего

плавно вращают винт редуктора до тех пор пока в смесителе не появятся пузырьки газа (для наблюдения пузырьков нужно вынуть смеситель из дюара). Увеличивают ток газа через систему и наблюдают наличие пузырьков в выхлопной пробирке. Утечка газа может произойти в случаях, если плохо подогнаны трущиеся поверхности дисков, отсутствует смазка этих поверхностей, неплотно одеты резиновые трубки или слабо завинчена гайка, крепящая фигурный болт.

Необходимо в течение 3—5 минут проверить, не ослабевает ли ток газа через систему. Контроль производится по скорости появления пузырьков в смесительной и выхлопной пробирках. Затем проверяют ток газа через прибор при вращении поворотного диска. При каждом фиксированном положении диска должны наблюдаться пузырьки газа в обеих пробирках.

После проверки газового режима подсоединяют счетчик к блоку БГС установки Б-2, включают установку Б-2, включают тумблер «Пуск» и устанавливают напряжение $V = 1400$ вольт.

Помещают алюминиевую чашечку с препаратом P^{32} в плексигласовую чашечку, которую устанавливают в лунку среднего диска, находящуюся в секторном вырезе. Вращая поворотный диск по часовой стрелке, сначала переводят препарат в 1 фиксированное положение (под выхлопным штуцером), затем—во 2 положение («наготове») и, наконец,—в 3 положение—под окно счетчика. В каждом промежуточном положении чашечка с препаратом должна продуваться газом в течение 1 минуты для удаления воздуха. Если установка не регистрирует импульсы счетчика, следует прибавить напряжение и определить начало счета, V_n . После этого убавляют ток газа до 5—10 пузырьков в секунду на выхлопной пробирке и продувают систему в течение 3—5 минут.

Затем приступают к снятию счетной характеристики счетчика СОТ-30-БФЛ, используя шаг напряжения через 50 вольт и измеряя при каждом напряжении скорость счета в течение 1 минуты. При наличии удовлетворительного плато ($I \geq 200$ вольт; $\Delta \leq 1,5\%$ на 100 в) устанавливают рабочее напряжение на середине плато. Счетчик готов к работе.

Не изменяя скорости тока газа через систему, переходят к измерению активности препарата P^{32} . Измерения достаточно проводить в течение 2 минут. Затем поворотом диска в следующее фиксированное положение подводят под окно счетчика пустую чашечку и измеряют фон в течение 5 минут.

Аналогично производят измерение активности препарата S^{35} ($t=2$ минуты). Таким образом, каждый курсант в группе по очереди измеряет свои препараты P^{32} и S^{35} , а значение фона счетчика берется общим для всех измерений в данной группе.

По окончании работы со счетчиком СОР-30-БФЛ выключают высокое напряжение, последовательно закрывают винт редуктора и кран гелиевого баллона, закрывают краны смесителя.

Упражнение 2

Сравнение эффективностей счета бета-излучения газопроточным счетчиком СОР-30-БФЛ и торцовым счетчиком Т-25-БФЛ

Те же препараты P^{32} и S^{35} измеряются обычным торцовым счетчиком Т-25-БФЛ.

Установив рабочее напряжение и проведя измерения эталона и фона, определяют скорость счета бета-частиц P^{32} и S^{35} при положении алюминиевой чашечки на 4-й позиции (чашечка с препаратом устанавливается на тонкую алюминиевую подставку—26 мг/см²). Каждое измерение проводить в течение 5 мин. Данные, полученные в 1 и 2 упражнениях, сводятся в таблицу 1.

Напомним, что относительная ошибка определяется по формуле

$$\delta_{\text{пр}} = \frac{D_{\text{пр}}}{N_{\text{пр}}} \cdot 100\% = \frac{\sqrt{\frac{N}{t} + \frac{N_{\text{ф}}}{t_{\text{ф}}}}}{N_{\text{пр}}} \cdot 100\%$$

Сравнивая значения $N_{\text{пр}}$, полученные для газопроточного и торцового счетчиков, определяют отношение эффективностей счета для случаев жесткого (P^{32}) и мягкого (S^{35}) бета-излучений:

$$\text{для } P^{32}: \frac{N_{\text{пр, сот}}}{N_{\text{пр, т}}} = \dots$$

$$\text{для } S^{35}: \frac{N_{\text{пр, сот}}}{N_{\text{пр, т}}} = \dots$$

Результаты позволяют судить о достоинствах проточного счетчика с открытым окном в отношении регистрации бета-

Счетчик СОТ-30-БФЛ; $d_{ст} \approx 0$;					Счетчик Т-25-БФЛ; $d_{ст} =$. . . мг/см ² ;				
$V_p =$. . . вольт;					$V_p =$. . . вольт;				
$k=64$; $N_\Phi =$. . . ижп/мин					$k=64$; $N_\Phi =$. . . ижп/мин				
Препарат	t , мин	а (b)	п ижп	N ижп/мин	$N_{пр} = N - N_\Phi$ ижп/мин	$D_{пр} = \frac{N_{пр}}{N_\Phi} \cdot 100\%$	N ижп/мин	$N_{пр} = N - N_\Phi$ ижп/мин	$D_{пр} = \frac{N_{пр}}{N_\Phi} \cdot 100\%$
р32	2								
S35	2								

излучения различной энергии. Для мягкого бета-излучения применение счетчика СОТ-30-БФЛ дает возможность повысить чувствительность метода на целый порядок величины.

ЛИТЕРАТУРА

1. «Справочник по дозиметрическим, радиометрическим и электрофизическим приборам, счетчикам, сцинтилляторам и фотоумножителям», стр. 178. Атомиздат, Москва, 1959.
2. Счетчик «СОТ-30-БФЛ». Описание и инструкция (составлено С. П. Целищевым и А. О. Фурманом). Экспериментально-механическая мастерская ТСХА, Москва, 1957.

РАБОТА № 13

ИЗМЕРЕНИЯ АБСОЛЮТНОЙ АКТИВНОСТИ ИСТОЧНИКОВ БЕТА-ИЗЛУЧЕНИЯ

Относительные измерения со счетчиками

Ранее мы указывали (см. практикум по радиометрии, часть I, работа № 6), что измерения активности радиоактивных препаратов могут быть относительными и абсолютными.

В большинстве исследований с мечеными атомами необходимо, вообще говоря, знать точно только относительные активности изучаемых препаратов. Напомним, что относительные измерения заключаются в сравнении между собой активностей (скоростей счета) серии препаратов одного и того же изотопа или в сравнении активностей измеряемого препарата и стандартного препарата того же самого изотопа.

Необходимыми условиями для правильного проведения относительных измерений бета-активности исследуемых препаратов являются следующие:

- а) одинаковая форма и размеры препаратов (их площадь, толщина);
- б) одинаковое расположение препаратов относительно счетчика;
- в) равномерное распределение радиоактивного вещества по всему объему препаратов;
- г) высушивание препаратов до исчезновения признаков влаги или до постоянного веса;
- д) использование подложек из одного материала и равной толщины;
- е) выполнение всех измерений опыта на одной и той же экспериментальной установке, с одним и тем же счетчиком и одной и той же подставкой для препаратов;
- ж) систематический контроль воспроизводимости показаний прибора;

з) проведение измерений активности образцов по возможности с одинаковой статистической точностью.

При относительных измерениях рекомендуется помещать образцы по возможности дальше от счетчика, так как ошибки, обусловленные некоторым различием во взаимном расположении препаратов и счетчика резко возрастают по мере приближения препарата к счетчику. Для торцового счетчика Т-25-БФЛ расстояние между препаратом и окошком счетчика должно составлять не менее 2 см.

Для устранения ошибки, вызванной самоослаблением бета-излучения слоем препарата, стараются сравнивать либо очень тонкие препараты ($l < 0,2d_{1/2}$), либо бесконечно-толстые препараты ($l > R_m$), так как изготовление препаратов строго одинаковой толщины—весьма трудоемкая операция. В качестве подложек используют обычно слои вещества, соответствующие насыщению обратного рассеяния бета-излучения.

Перед измерениями полезно ориентировочно определить скорости счета препарата с фоном и фона и на основе полученных данных рассчитать время измерения, требуемое для достижения желаемой статистической точности результата.

Если эффективность счета ϕ изменяется в результате замены счетчика, защитного домика и других приспособлений, то следует результаты измерений, полученные в старых условиях, пересчитать по отношению к эталону, измеренному дополнительно в новых условиях. Эталон должен содержать тот же изотоп (или близкий по спектральному составу излучения), который используется в опыте. Систематические измерения скорости счета эталона (воспроизводимость) позволяют также установить факт ухудшения характеристики счетчика или неправильной работы установки.

Если имеется стандартный излучатель, содержащий тот же изотоп, что и исследуемые образцы, то при относительных измерениях можно не вносить поправок на распад радиоактивных образцов во времени. В этом случае упомянутый источник играет роль «свидетеля», так как он теряет активность в такой же степени, как и измеряемые препараты. Сравнивая между собой полученные в каждый момент времени для разных препаратов отношения $\frac{N_{пр}}{N_{свидетеля}}$, находят относительное держание радиоактивности в образцах.

Результаты относительных измерений активности выражаются в импульсах в минуту. Эта величина—скорость счета N ,

как нам известно, связана с полным числом частиц $N_{ист}$, испускаемых препаратом в единицу времени, соотношением:

$$N = \varphi N_{ист} \quad (1)$$

Изучение факторов, составляющих эффективность счета φ , представляет собой важнейшую задачу радиометрии. Напомним (см. работу № 6) эти факторы, влияющие на результаты измерения бета-активности счетчиком частиц.

$$\varphi = \varphi(K_1, K_2, K_3, K_4, K_5, K_6, K_7, K_8, K_9, K_{10}) \quad (2)$$

- K_1 — поправка на мертвое время,
- K_2 — поправка на фон,
- K_3 — поправка на изменение воспроизводимости показаний эталона,
- K_4 — поправка на эффективность счетчика,
- K_5 — поправка на геометрический фактор,
- K_6 — поправка на поглощение и рассеяние бета-излучения в воздухе и стенке счетчика,
- K_7 — поправка на самоослабление бета-излучения в образце,
- K_8 — поправка на обратное рассеяние от подложки образца,
- K_9 — поправка на схему распада изотопа,
- K_{10} — статистические и другие ошибки измерений.

Все эти факторы (за исключением K_9), а также способы введения поправок, были рассмотрены нами в соответствующих работах.

При относительных измерениях вводятся лишь поправки на мертвое время счетчика (или разрешающее время установки), фон и изменение воспроизводимости показаний при измерении эталона.

Измеренная скорость счета исправляется сначала на мертвое время, затем из результата вычитается фон и, наконец, в случае надобности производится умножение на коэффициент воспроизводимости.

Поправкой на мертвое время K_1 (см. работу № 5), обычно пренебрегают, если скорость счета меньше 2000—3000 *имп/мин*.

Поправку на фон можно не учитывать лишь в исключительных случаях, когда фон настолько мал, что $\frac{N_{\phi}}{N} < 0,05\delta$ (см. работу № 7).

Наконец, при относительных измерениях обязательно вычисление статистической ошибки каждого результата.

Остальные факторы (K_4 , K_5 , K_6 , K_7 , K_8) можно не учитывать только при условии строгого постоянства их действия в течение всего опыта. Изменение хотя бы одного из условий стандартизации опыта требует, вообще говоря, учета всех поправок.

Если счетчик в силу тех или иных причин меняет свою эффективность (изменяется характеристика, растет число ложных импульсов и т. д.), то требуется ввести соответствующую поправку (K_4). Обычно полагают, что собственная эффективность счетчиков для бета-частиц равна 100% ($\epsilon_\beta = 1$). Изменение эффективности счетчика в ту или другую сторону непосредственно трудно оценить, но оно автоматически учитывается при систематических измерениях эталона, и соответствующая поправка входит в коэффициент воспроизводимости. При относительных измерениях активности γ -источников поправка на изменение эффективности γ -счетчика играет существенную роль (см. работу № 4).

При нарушении во время опыта стандартных геометрических условий (расстояние, телесный угол) все результаты измерений следует привести к одному и тому же значению геометрического фактора η (K_5), как это показано в работе № 6.

Эта же причина, а также смена счетчика требуют введения поправки (K_6) на поглощение и рассеяние бета-частиц по пути в чувствительный объем счетчика (см. работу № 9).

Поправка на самоослабление (K_7) вводится, если сравниваются источники различной толщины (в мг/см^2), а поправка на обратное рассеяние (K_8) — если препараты помещаются на разных подложках (см. работу № 11).

Поскольку относительные измерения предполагают сравнение активности источников, содержащих один и тот же изотоп, поправка на различие в схемах распада атомных ядер (K_9) здесь не рассматривается.

Если же сравниваются активности источников, содержащих разные изотопы, то даже при полной тождественности условий измерений необходимо вводить поправки K_6 , K_7 , K_8 и (в случае разных схем распада) K_9 .

Несмотря на обилие рассмотренных факторов, относительные измерения проводятся сравнительно просто, поскольку стандартизация условий опыта легко осуществима, и поэтому результаты измерения скорости счета N обыч-

но требуется исправить только на мертвое время и фон, а также вычислить ошибки.

Если при относительных измерениях эталоном сравнения является препарат с известной абсолютной активностью— стандарт, то от результатов отдельных измерений легко перейти к абсолютной активности исследуемых образцов. Для этой цели проводится градуировка счетной аппаратуры по стандартам, приготовляемым для каждого изучаемого изотопа. Суть градуировки состоит в нахождении коэффициента перехода от измеренного на установке числа импульсов стандартного излучателя к полному числу частиц, испускаемых стандартом, т. е. в нахождении эффективности счета ϕ .

Абсолютные измерения бета-активности

Необходимость абсолютных измерений. Методы определения активности, основанные на подсчете полного числа распадающихся ядер, носят название абсолютных методов. Абсолютная активность препаратов выражается, как известно, в единицах радиоактивности— *кюри, милликюри, микрокюри*.

В биологических исследованиях с применением радиоактивных изотопов нередко возникает необходимость определить абсолютную активность как исходных радиоактивных веществ, используемых в эксперименте, так и получаемого в опыте биологического материала. Если требуется приготовить радиоактивный раствор с заданной удельной активностью, то в этом случае желательно (независимо от паспорта) измерить абсолютную активность исходного раствора и произвести нужное разведение.

Знание полного числа испускаемых источником ионизирующих частиц очень важно для целей радиобиологии, изучающей действие ядерных излучений на биологические объекты. Оценка действия радиации при введении радиоактивных веществ внутрь организма человека, животного или растения, вопросы поглощения энергии излучения в облучаемых объектах, проблемы дозиметрии, имеющие актуальное значение в современной биологии, медицине и химии, предусматривают в конечном счете знание абсолютной активности применяемых изотопов.

Связанное с абсолютной активностью число радиоактивных ядер в образце может служить индикатором нейтронного потока, в котором был облучен образец.

Таким образом, в целом ряде задач исследователь не мо-

жет удовлетвориться относительными результатами—он должен дать ответ на вопрос об абсолютном содержании радиоактивности в изучаемых объектах.

Методы абсолютных измерений. Абсолютные измерения активности источников β - и γ -излучений могут осуществляться методами, основанными на счете отдельных частиц (или квантов) и на измерении интенсивности излучений. К последним относятся: определение абсолютной активности путем измерения ионизации, создаваемой бета-частицами, вылетающими из внутренней стенки ионизационной камеры (метод камеры Грея с радиоактивными стенками)^[2]; определение активности путем измерения дозы бета-излучения на пограничной поверхности водного раствора^[2]; измерения с помощью калориметра^[2]; измерения по току с помощью пропорционального счетчика и др. Эти методы требуют знания средней энергии бета-излучения (или квантов) исследуемого препарата и уступают в точности методам, основанным на счете отдельных частиц.

Методы, использующие регистрацию отдельных частиц, более распространены и обладают большой универсальностью. К ним относятся: метод β - γ совпадений^[4], метод фотографических эмульсий, метод торцового счетчика с фиксированной геометрией^[1'3], метод 4 π -счетчика^[3' 4' 5] и др.

Рассмотрим особо два наиболее распространенных в современной радиометрии метода — метод торцового счетчика с фиксированным телесным углом и метод 4 π -счетчика. Этими методами выполняется задание настоящей работы по определению абсолютной активности бета-препарата, приготовленного из исследуемого радиоактивного раствора.

Метод торцового счетчика с фиксированной геометрией. В практике биологических лабораторий абсолютную активность бета-излучателей в большинстве случаев определяют при помощи торцового счетчика. Этот метод прост по идее и при соблюдении необходимых условий дает достаточно точные результаты. В методе используется обычная счетная аппаратура, имеющаяся в каждой изотопной лаборатории, что делает его доступным широкому кругу исследователей.

Абсолютная активность (полное число распадов в единицу времени) измеряется в условиях «фиксированной геометрии». Для этого радиоактивный образец помещают на некотором расстоянии (>20 мм) от окна счетчика на продолжении его оси. Образец для измерения готовится в виде небольшого «пятна» (диаметром 2—3 мм), имеющего малую

толщину (<50 мкг/см²). Подложкой служит тонкая пленка из материала с малым атомным номером. При этих условиях излучение, испускаемое образцом (здесь идет речь о бета-излучении) изотропно распределено по направлениям.

Под окном счетчика на строго фиксированном расстоянии от образца помещают точно калиброванную диафрагму, толщина которой превышает значение максимального пробега бета-излучения исследуемого изотопа. Схематическое расположение источника и счетчика в этом методе аналогично приведенному на рис. 25 (см. часть 1, работа № 6). Очевидно, что в таком случае внутрь счетчика могут проникнуть только те частицы, которые пройдут через отверстие в диафрагме.

Напомним, что в работе № 6 мы уже проводили грубое определение абсолютной активности препарата Р³² этим методом, учитывая только геометрический фактор η и игнорируя другие факторы, с которыми мы теперь знакомы.

При точных измерениях абсолютной бета-активности препаратов необходимо, вообще говоря, учитывать все факторы (2), рассмотренные нами в предыдущих работах. Некоторые из них иллюстрируются рис. 44. На рисунке не показана диафрагма, вырезающая фиксированный телесный угол; препарат и подложка к нему изображены толстыми для удобства иллюстрации. Отрезки, выходящие из препарата и оканчивающиеся стрелками, изображают (очень условно) «судьбу» бета-частиц, выброшенных радиоактивными атомами.

Радиоактивный препарат излучает бета-частицы по всем направлениям — 1 и 2. Некоторая доля всех бета-частиц заключена в пределах эффективного телесного угла, вырезаемого счетчиком (а точнее — диафрагмой). Из

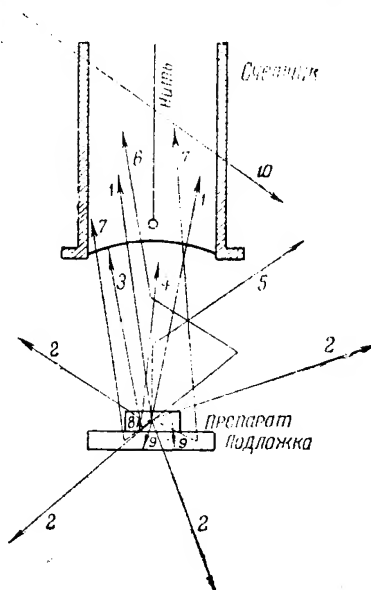


Рис. 44. Схема, поясняющая действие некоторых факторов, влияющих на результаты измерения активности (обозначения — в тексте).

них наряду с частицами, непосредственно проходящими в счетчик—1, всегда имеются частицы, которые испытывают поглощение в самом препарате — 8, окне счетчика — 3 и слое воздуха между препаратом и счетчиком — 4. Некоторые бета-частицы в результате многократного рассеяния в воздухе уходят из данного телесного угла—5; другие — наоборот, попадают в счетчик, будучи первоначально испущенными в иных направлениях — 6. К последним также относятся частицы, претерпевающие обратное рассеяние от подложки,—7. Если толщина подложки больше толщины насыщения, то обратное рассеяние перестает нарастать вследствие поглощения бета-частиц в материале подложки — 9. И наконец, частицы, пронизывающие счетчик независимо от излучения препарата, создают фон счетчика — 10.

Абсолютные измерения требуют определения поправок с большой точностью. Очевидно, что чем меньше сами поправки, тем меньше ошибки при определении этих поправочных коэффициентов влияют на общую точность измерения. Поэтому, применяя специальные приемы, стремятся создать такие условия, при которых отдельными поправками можно пренебречь.

Резюмируем вопрос о поправках при определении абсолютной активности бета-излучающих изотопов методом торцового счетчика.

1. Мертвое время счетчика (разрешающее время счетной установки). Поправка на мертвое время вносится в величину регистрируемой скорости счета N прежде всех остальных поправок. Поправка на мертвое время определяется, как известно, по формуле:

$$K_{\tau} = \frac{1}{1 - N \cdot \tau}, \quad (3)$$

а исправленная скорость счета, соответственно:

$$N_0 = NK_{\tau} = \frac{N}{1 - N\tau} \quad (4)$$

Величина мертвого времени τ близка к $3 \cdot 10^{-4}$ сек. = $5 \cdot 10^{-6}$ мин. Поправка K_{τ} не превышает 1%, если скорость счета $N \ll 2000$ имп/мин.

2. Фон счетчика. Фон всегда вычитается после введения поправки на мертвое время.

$$J = N_{\text{пр}} = N_0 - N_{\text{ф}} \quad (5)$$

Если общий фон включает в себя фон от γ -излучения препарата, необходимо снять кривую поглощения бета-частиц; тогда остаточная после поглощения бета-частиц активность будет принадлежать γ -компоненте.

Для уменьшения фона и его вариаций следует счетчик помещать в свинцовую защиту с толщиной стенок ~ 5 мм.

3. Воспроизводимость показаний прибора. Для абсолютных измерений следует обеспечить 100%-ю воспроизводимость показаний, что предполагает стабильную работу счетчика и установки и постоянство расположения всех деталей. Разумеется, для получения достоверных результатов нужно пользоваться торцовым счетчиком хорошего качества, имеющим длинное плато (> 250 вольт) с нулевым наклоном.

4. Эффективность ϵ_z счетчика к бета-лучам. Счетчик должен регистрировать все бета-частицы, попадающие в его чувствительный объем, и не должен давать ложных импульсов, не связанных с попаданием в него частиц ($\epsilon_z = 1$). Первому условию (100%-ная регистрация) удовлетворяют почти все самогасящиеся счетчики Гейгера-Мюллера. Диафрагмирование пучка бета-частиц, благодаря которому все частицы проходят в глубину чувствительного объема счетчика, дополнительно снижает вероятность просчета. Второму условию (отсутствие ложных импульсов) удовлетворяют только те счетчики, у которых плато характеристики при достаточной протяженности практически не имеет наклона. В этом случае колебания эффективности счетчика обычно лежат в пределах общих аппаратных ошибок и можно положить $\epsilon_z = 1$.

5. Геометрический фактор η . Геометрический фактор для случая торцового счетчика определяется по формуле:

$$\eta = 0,5 \left[1 - \frac{1}{\sqrt{1 + \frac{r^2}{h^2}}} \right] \quad (6)$$

где r — радиус отверстия, а h — расстояние от препарата до верхнего края диафрагмы (см. работу № 6).

В случае точечного источника, находящегося на расстоянии 2—3 см от счетчика, погрешность в определении относительного телесного угла, вырезаемого диафрагмой, можно считать равной 1—2%.

Поправка на геометрический фактор вводится после учета поправок на мертвое время и фон.

6. Поправка на поглощение и рассеяние бета-излучения в стенке (окошке) счетчика и в слое между препаратом и счетчиком. В работе № 9 указывалось на трудности при определении этой поправки. Поправка на поглощение определялась нами либо по формуле:

$$K_{\text{полг}} = \frac{J_z}{J_0} = e^{-\mu z_{\text{эфф}}} \quad (7)$$

где $z_{\text{эфф}} = (\rho_B \cdot X_B + \rho_{\text{ст}} \cdot X_{\text{ст}})_{\text{эфф}}$, либо графическим экстраполированием кривой поглощения к нулевой толщине. Однако неэкспоненциальный характер поглощения бета-частиц в тонких слоях вещества [3] ставит под сомнение справедливость такого способа введения поправки. Это в первую очередь относится к бета-излучению малой энергии. В таблице 1 приводятся значения поправок на поглощение бета-излучения C^{14} , S^{35} , Ca^{45} и Tl^{204} , полученных автором при помощи методики, описанной в указанной работе [3] для случая, когда геометрический фактор $\eta = 0,08$ (точечный источник расположен на расстоянии 15 мм от диафрагмы диаметром 19,45 мм).

Таблица 1
Поправка на поглощение $K_{\text{полг}}$ бета-излучения ($\eta = 0,08$)

Эффективная толщина поглотителя, мг/см ²	C^{14}	S^{35}	Ca^{45}	Tl^{204}
0	1,000	1,000	1,000	1,000
1	0,617	0,645	0,748	0,839
2	0,427	0,483	0,613	0,775
3	0,322	0,373	0,531	0,743
4	0,242	0,288	0,459	0,712
5	0,183	0,223	0,397	0,682
6	1,137	0,172	0,347	0,653
7	0,103	0,133	0,304	0,626
8	0,077	0,103	0,264	0,599

Табличные значения $K_{\text{полг}}$ существенно отличаются от вычисленных по формуле (7).

В случае жесткого бета-излучения (P^{32} , Sr^{90} и др.) поправ-

ка на поглощение в воздухе и окне торцового счетчика невелика при ее определении достаточно воспользоваться формулой (7).

7. Самоослабление бета-излучения в образце. Коэффициент самоослабления $s = \frac{J}{J_0}$ (см. работу № 11) определяется либо по формуле

$$s = \frac{1 - e^{-\mu l}}{\mu l} \quad (8)$$

для препаратов толщиной $d_{1/2} < l < R_M$, либо экспериментальным путем. При абсолютных измерениях рекомендуется вообще исключать поправку на самоослабление путем приготовления чрезвычайно тонких препаратов, толщина которых меньше $\frac{d_{1/2}}{100}$. Ошибка, вносимая при этом допущении, составит менее 1%.

8. Обратное рассеяние от подложки. Коэффициент обратного рассеяния $q = \frac{J_0 + \Delta J_0}{J_0}$ определяется экспериментально—сравнением скоростей счета источников, нанесенных на очень тонкую пленку и на подложку из определенного материала данной толщины. В условиях эксперимента коэффициент q может принимать значения, большие или равные единице, $q \geq 1$. Если коэффициент самоослабления s заметно отличен от единицы (достаточно толстый препарат), то поправку на обратное отражение q вводить не следует. При точных абсолютных измерениях рекомендуется приготавливать очень тонкие подложки (из органической пленки), толщина которых $d < 100$ мкг/см², и пренебрегать рассеянием бета-излучения в них.

9. Схема распада изотопа. Поправка на схему распада не вводится, если бета-излучение данного изотопа имеет простой спектр ($P=1$). В общем случае при измерении активности по скорости бета-счета нужно учитывать, что в одном акте распада в среднем может испускаться либо меньше одной бета-частицы (разветвленная схема распада), либо больше одной (конверсионные электроны). Например, распад ядра Ce^{141} происходит в 30% случаев с испусканием бета-частицы ($E_M = 0,56$ мэв), а в 70% случаев—с испусканием бета-частицы ($E_M = 0,41$ мэв) и гамма-кванта с энергией $h\nu = 0,45$ мэв. Гамма-переход генерирует конверсионные элект-

роны e^- с коэффициентом конверсии $\alpha = 23\%$. Таким образом, вероятности испускания бета-частиц 1-го, 2-го—переходов и электронов внутренней конверсии находятся в соотношении: $p_1 : p_2 : p_{e^-} = 0,3 : 0,7 : 0,16$, а общее число электронов, приходящихся на один распад составляет

$$P_\beta = 1,16 \frac{\text{частиц}}{\text{распад}},$$

т. е. больше единицы.

Сложный спектр бета-излучения принимается во внимание также при расчете поправок $K_{\text{погл}}$, s и q , ибо эффекты поглощения и рассеяния зависят от энергии парциальных бета-спектров. Для каждого парциального бета-спектра p_i следует определить, вообще говоря, свои значения поправок $K_{\text{погл}}$, s и q .

10. Статистические и другие ошибки измерения. Статистическую ошибку при измерении скорости счета можно сделать малой, увеличивая время измерения:

$$\delta_{\text{пр}} = \frac{100\%}{N - N_{\text{ф}}} \sqrt{\frac{N}{t} + \frac{N_{\text{ф}}}{t_{\text{ф}}}} \quad (9)$$

Целесообразно предварительно, на основании грубого измерения скорости счета, рассчитать оптимальную продолжительность измерений, обеспечивающую заданную точность $\delta_{\text{пр}}$ (см. работу № 7). Труднее учесть ошибки при определении всех указанных поправок. Погрешность в определении геометрического фактора при диафрагмировании пучка бета-частиц можно сделать не более 2%. Ошибка в определении $K_{\text{погл}}$ составляет обычно менее 1% в случае $E_m > 1$ мэв, 2—3% для $E_m \sim 0,5$ мэв, и 5—10% для $E_m \sim 0,2$ мэв. При работе с очень тонкими препаратами, нанесенными на практически «не отражающую» подложку общая ошибка абсолютных измерений активности бета-препаратов этим методом составляет около 3—4% для $E_m > 1$ мэв и 10—15% для $E_m \sim 0,2$ мэв.

При условии калибровки торцового счетчика по данным измерения абсолютной активности эквивалентного образца в 4π-счетчике (см. работу С. П. Целищева и А. О. Фурмана [3]) максимальная погрешность может быть снижена до 3—5%.

Конечно, приведенная классификация условий измерений до некоторой степени искусственна. Например, поправки на поглощение, самоослабление и обратное рассеяние зависят от величины геометрического фактора и являются взаимосвязан-

лыми. Поэтому необходимо учитывать все поправки одновременно.

Обозначая, как всегда, скорость счета, исправленную на мертвое время и фон, через $N_{пр}$ (или через J), имеем:

$$N_{пр} = N \cdot K_z - N_{ф} \quad (10)$$

Эта скорость счета связана с величиной абсолютной активности A (распадов в минуту) при помощи коэффициента пропорциональности F :

$$N_{пр} = F \cdot A \quad (11)$$

откуда

$$A = \frac{N_{пр}}{F} \quad (12)$$

Эффективность счета F в отличие от ранее введенной величины ϕ связывает исправленную скорость счета с абсолютной активностью. Этот коэффициент должен включать весь комплекс взаимосвязанных поправок на эффективность счетчика, величину телесного угла, поглощение, самоослабление, обратное отражение и, в случае надобности, на схему распада изотопа. Поэтому, полагая

$$F = \epsilon_{\beta} \cdot \eta \cdot P \cdot K_{пол} \cdot s \cdot q, \quad (13)$$

окончательно имеем:

$$A = \frac{N_{пр}}{\epsilon_{\beta} \cdot \eta \cdot P \cdot K_{п} \cdot s \cdot q} \frac{\text{распадов}}{\text{минуту}} \quad (14)$$

Активность в микроюри получим, разделив это выражение на число актов распада в 1 минуту для 1 микроюри, равное $2,22 \cdot 10^6$:

$$A = \frac{N_{пр}}{2,22 \cdot 10^6 \cdot \epsilon_{\beta} \cdot \eta \cdot P \cdot K_{п} \cdot s \cdot q} \text{мкюри} \quad (15)$$

В случае сложного бета-спектра или смеси бета-излучателей произведение $P \cdot K_{п} \cdot s \cdot q$ вычленяется для каждой компоненты в отдельности и результаты складываются; тогда формула (15) приобретает следующий вид:

$$A = \frac{N_{пр}}{2,22 \cdot 10^6 \cdot \epsilon_{\beta} \cdot \eta (p_1 k_1 s_1 q_1 + p_2 k_2 s_2 q_2 + \dots)} \text{мкюри} \quad (16)$$

Последнее выражение имеет место в случае, когда известны значения коэффициентов p , k , s , q для каждой энергетической компоненты. Если же какой-либо из этих коэффициентов определен экспериментально для данного изотопа со сложным спектром (или для данной смеси изотопов), то этот коэффициент входит множителем перед скобками в знаменателе формулы (16), так как он является теперь общим для всех компонент. Если экспериментально найдены все коэффициенты k , s , q , то в скобках остается лишь сумма коэффициентов, характеризующих схему распада ($p_1 + p_2 + p_3 + \dots$).

Метод 4 π -счетчика. Разные типы 4 π -счетчиков и принцип их работы описаны в литературе [4' 5]. Общим для всех 4 π -счетчиков является то, что радиоактивный образец, абсолютная активность которого подлежит определению, вносится внутрь чувствительного объема счетчика, что позволяет регистрировать излучение, испускаемое во всех направлениях, т. е. в пределах полного телесного угла 4 π . Это же дает возможность исключить введение поправок на геометрию, поглощение и обратное рассеяние бета-излучения. Поправки на самопоглощение и поглощение излучения в несущей пленке можно исключить путем приготовления образца в виде очень тонкого слоя (< 50 мкг/см²), помещаемого на пленку толщиной 10—30 мкг/см².

Если отвлечься от вопросов техники измерения, то применение 4 π -счетчика не встречает никаких трудностей принципиального характера. Должно быть поставлено только одно условие, выполняющееся, впрочем, почти для всех радиоактивных изотопов: на распад одного ядра должна быть испущена, по крайней мере, одна частица, которая неизбежно вызовет срабатывание счетчика, т. е. β^- или β^+ -частица. Дополнительные частицы или кванты, сопровождающие бета-испускание (электроны конверсии, γ -линии, аннигиляционное излучение), не создают помех, так как вызванные ими импульсы совпадают и сливаются с импульсами бета-частиц. Не нужно знать даже схемы распада, в этом заключается особое преимущество метода.

Таким образом, 4 π -счетчик позволяет непосредственно регистрировать практически все акты распада радиоактивных ядер, происходящие в измеряемом образце. Формула (15) для определения абсолютной активности методом 4 π -счетчика приобретает чрезвычайно простой вид:

$$A = \frac{N_{\text{ср}, 4\pi}}{2,22 \cdot 10^6} \text{ мккюри} \quad (17)$$

где $N_{\text{др. 4л}}$ — как обычно, скорость счета, исправленная на мертвое время и фон 4л-счетчика. Поправку на мертвое время, которая требует вычисления, можно также исключить путем применения малоактивных препаратов, дающих в 4л-счетчике скорость счета, не превышающую 2000 *имп/мин.*

Не останавливаясь на различных вариантах 4л-счетчиков, в частности на специальных вопросах конструкции, касающихся оптимальной формы электрического поля в счетчике, расположения подложки с препаратом, режима работы и т. д., опишем кратко устройство и основные особенности 4л-счетчика, имеющегося в нашей лаборатории.

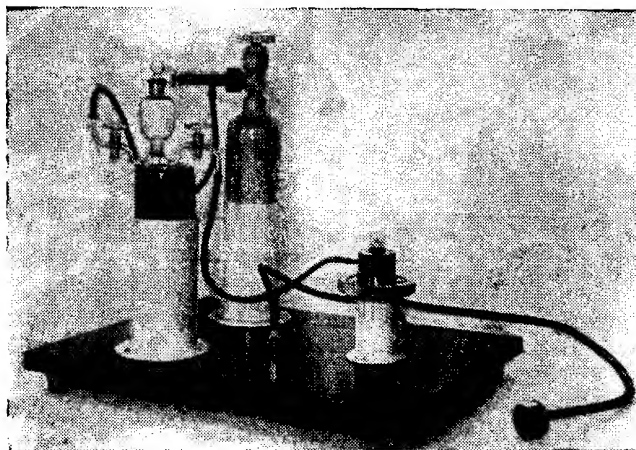


Рис. 45. Счетчик для абсолютных измерений СА-4л-БФЛ (внешний вид). Выпускается экспериментально-механической мастерской ТСХА.

Внешний вид счетчика СА-4л-БФЛ, сконструированного в Биофизической лаборатории ТСХА [6], представлен на рис. 45. Собственно 4л-счетчик изображен в правой части рисунка в металлической подставке. Баллон с гелием (на заднем плане) и дюар со смесительной пробиркой уже знакомы нам по счетчику СОТ-30-БФЛ (см. работу № 12) и сразу наводят на мысль, что 4л-счетчик работает в газопоточном режиме. Состав газовой смеси (гелий, спирт и эфир) такой же, как и в случае счетчика СОТ-30-БФЛ.

На рис. 46 4л-счетчик показан в собранном и разобранном виде, а на рис. 47 дан его схематический разрез.

Счетчик представляет собой разборную конструкцию, состоящую из двух стальных никелированных цилиндров 1 (см. рис. 47), образующих при сборке катод счетчика. С наружных торцов в цилиндры ввернуты плексигласовые (или пластмассовые) изоляторы 3 и 4. В одном из них на резьбе укреплен ме-

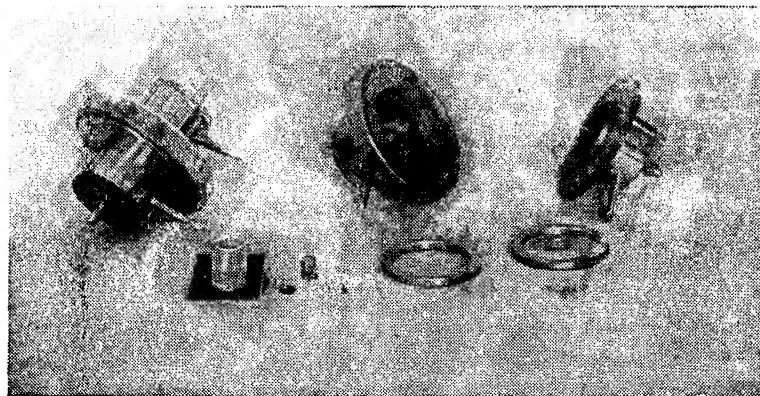


Рис. 46 4л-счетчик в собранном и разобранном виде. Внизу, слева направо: предохранительный колпачок, шайба и пружина для крепления нити, кольца с тонкой пленкой, на которую наносится измеряемый препарат.

таллический колпачок 8, на который подается высокое напряжение. В колпачке крепится вольфрамовая нить (0,15 мм) 6, оканчивающаяся стеклянной бусинкой. Когда счетчик собран, нить проходит в отверстие второго изолятора, крепится за бусинку шайбой 12 и натягивается пружиной 11. Пружина помещается в кольцевой выточке втулки 10. Поверх крепящего устройства навинчивается плексигласовый колпачок 13. Пружина, шайба и колпачок видны слева на переднем плане рисунка 46.

Для установки радиоактивного образца в 4л-счетчик применяется металлическое кольцо 5, несущее тонкую органическую пленку 9 (см. также справа внизу рис. 46), приготовленную описанным ниже способом.

Пленка, на которой помещен образец 7, имеет в центре отверстие, сквозь него проходит нить—анод счетчика.

При сборке 4л-счетчика пропускают нить в отверстие пленки, а кольцо с пленкой надевают на бортик нижнего цилиндра (см. рис. 47а). Затем пропускают нить в воронку верхней крышки и совмещают направляющие штифты верхней половины с соответствующими отверстиями нижней половины счетчика. Соединительным кольцом 2 свинчивают обе части счетчика, при помощи пружины и шайбы натягивают нить и,

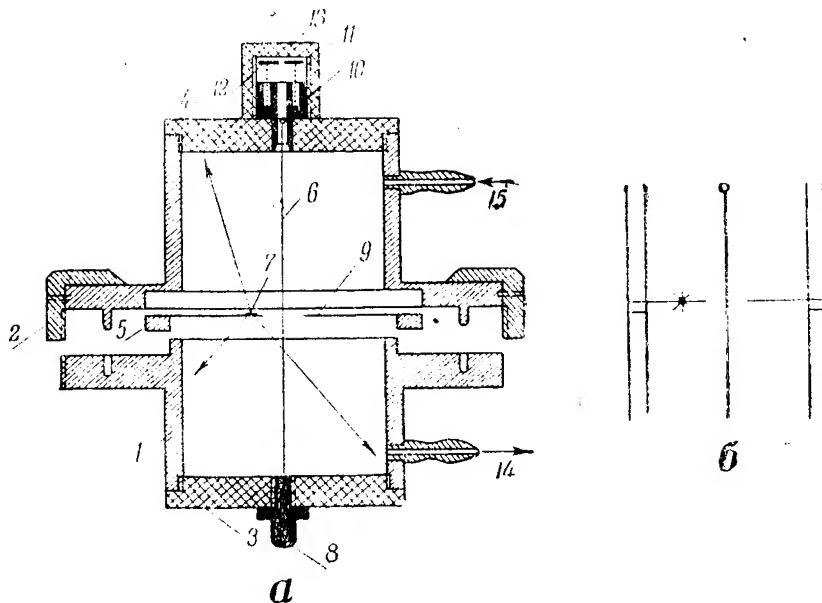


Рис. 47а. Схематический разрез 4л-счетчика (обозначения — в тексте).
б. Положение радиоактивного препарата внутри 4л-счетчика.

наконец, навинчивают плексигласовый колпачок. Когда счетчик собран, он представляет собой единый цилиндр; в средней плоскости его поперечного сечения находится пленка с образцом (см. рис. 47б).

Как указывалось, 4л-счетчик данной конструкции работает в проточном режиме. Рабочая газовая смесь поступает из смесителя по резиновой трубке в штуцер 15, проходит через счетчик и выходит через штуцер 14 на выпускную пробирку. Счетчик СА-4л-БФЛ работает в области Гейгера со стандартной регистрирующей аппаратурой типа Б или Б-2. Краткие технические данные счетчика СА-4л-БФЛ:

1. Счетчик типа СА-4л-БФЛ служит для измерения абсолютной активности растворов, содержащих радиоактивные изотопы, испускающие бета-излучение в интервале энергий от 100 кэв и выше.

2. Напряжение начала счета

при t смеси 20°C 1700—1800 в.

при t смеси 0°C 1500—1600 в.

3. Наименьшая протяженность плато 200 вольт.

4. Наибольший наклон плато на 100 в. 1,5%.

5. Наибольший фон 60 имп/мин.

6. Мертвое время при работе в области Гейгера 3— $1 \cdot 10^{-4}$ сек.

7. Амплитуда импульса, выдаваемого 4л-счетчиком, работающим в области Гейгера не ниже 0,4 в.

8. 4л-счетчик в сочетании с широкополосным усилителем импульсов может работать также в области пропорционального счета.

9. Состав рабочей газовой смеси: гелий+смесь этилового спирта и серного эфира. В смесительную пробирку наливается 20—30 мл готовой смеси абсолютного спирта и эфира в объемном соотношении 96% и 4%.

Наилучший режим работы—при 0°C. Однако счетчик работает и при комнатной температуре. Оптимальная скорость течения газа, проходящего через систему, отвечает примерно 5—10 пузырькам в секунду на выхлопной пробирке. Расход гелия при непрерывной работе около 1 литра в час.

10. Показателем правильного выбора количества и температуры смеси, а также скорости тока газа является наличие длинного горизонтального плато характеристики 4л-счетчика. Перед каждым новым измерением рекомендуется проверять плато счетчика.

11. Ошибка в определении абсолютной активности бета-излучающих образцов главным образом связана с поглощением бета-частиц в материале образца и его подложке. Эта ошибка зависит от энергии излучения и толщины образца и пленки, а также определяется несточностью при измерении объема капли радиоактивного раствора, взятой для приготовления образца.

При соблюдении специальной методики (см. ниже) приготовления радиоактивных образцов толщиной не более 50 мкг на 1 см² и тонких органических пленок толщиной 10—30 мкг на 1 см² точность определения абсолютной бета-активности

изотопов можно довести до 2—3% для жесткого бета-излучения и 3—5% для мягкого бета-излучения.

12. Наличие внутри счетчика непроводящей органической пленки с радиоактивным образцом практически не искажает симметрию электростатического поля счетчика, т. к. пленка расположена по обе стороны нити вдоль силовых линий поля. Эффекты поляризации и зарядки пленки с образцом (если они имеют место) не сказываются на счетных качествах счетчика. Это подтверждается высокой стабильностью отсчетов 4π-счетчика при данном напряжении и постоянством плато счетной характеристики при прочих равных условиях. Наличие хорошего плато является показателем того, что эффективность счетчика к регистрации бета-частиц практически не отличается от 100% (отсутствие ложных импульсов). Счетчики СА-4π-БФЛ изготавливаются экспериментально-механическими мастерскими ТСХА.

Приготовление тонких пленок и образцов. Тонкие пленки, играющие роль подложек для радиоактивных образцов, изготавливаются методом растекания по стеклу раствора плексигласа в дихлорэтано. 20 миллиграммов мелких плексигласовых стружек растворяют в течение 8—10 часов в 20—25 см³ дихлорэтана. Затем 10—15 см³ этого раствора наливают на чистую, предварительно протертую эфиром и просушенную поверхность стекла размером 18×24 см². Покачиванием стекла добиваются равномерного растекания раствора по всей поверхности. После испарения дихлорэтана на стекле остается тонкая интерферирующая плексигласовая пленка, которая затем ланцетом нарезается на квадраты с таким расчетом, чтобы размеры их были несколько больше диаметра поддерживающих колец 4π-счетчика. Стекло с надрезанной пленкой помещают затем в плоскую кювету, в которую постепенно наливают воду. Квадраты пленки начинают отставать от стекла и всплывают на поверхность воды. Под пленку с помощью изогнутой свинцовой пластинки подводят кольцо, на которое «ловят» пленку. Затем пленка сушится, после чего при помощи нагретого круглого железного стержня в центре пленки прожигается отверстие диаметром 10—12 мм. Такие пленки на кольцах видны на рис. 46. Этим способом можно приготовить пленки толщиной 20—40 мкг/см². Растворяя меньшее количество плексигласа, можно при некотором навыке получать более тонкие пленки.

Для определения абсолютной активности исследуемого радиоактивного раствора капли этого раствора наносят на

вышеупомянутую пленку. Для этой цели лучше всего пользоваться пипеткой на 0,2 мл, конец которой предварительно оттягивается на газовой горелке в тонкое «жало». Такая градуированная пипетка позволяет получать небольшие стандартные капли определенного объема (5—10 мм³). Две-три капли радиоактивного раствора, разбавленного в известное число раз с тем, чтобы не получить слишком большой скорости счета в 4π-счетчике, наносятся на пленку в разных местах на расстоянии ≈ 5 мм от отверстия и высушиваются при комнатной температуре. После испарения капли на пленке остается «пятно» диаметром 2—3 мм, имеющее поверхностную плотность менее 50 мкг/см² (при содержании носителя в рабочем растворе порядка 0,5—0,7 мг на 1 мл) и более или менее равномерное по толщине. Самопоглощение бета-излучения в столь тонких слоях можно не принимать во внимание даже в случае мягкого излучения С¹⁴ и S³⁵ (оценка поглощения бета-частиц С¹⁴ в кристалликах такого образца дает значение, не превышающее 20% от общего числа частиц).

Подробнее о счетчике СА-4π-БФЛ и о порядке работы с этим счетчиком можно ознакомиться по описанию и инструкции «Счетчик СА-БФЛ» [6].

Принадлежности:

1. Установка Б-2, секундомер.
2. Счетчик Т-25-БФЛ с подставкой в свинцовом домике.
3. Счетчик СА-4π-БФЛ. Баллон с гелием. Смесь спирта и эфира. Лед.
4. Кольцо с пленкой, несущей препарат Р³² (S³⁵) (выпаренная капли известного объема).
5. Кольцо с пленкой без препарата.
6. Урановый эталон.
7. Препарат Р³² (S³⁵) на алюминиевой чашечке (объемы капель, нанесенных на пленку и алюминиевую чашечку, одинаковы).
8. Алюминиевая подставка (26 мг/см²).
9. Алюминиевая диафрагма с отверстием диаметром 20 мм.
10. Плексигласовая подставка с круглой выточкой.
11. Линейка, штанген-циркуль, миллиметровая бумага.
12. Математический справочник, таблицы e^{-x} и e^x .

Упражнение 1

Измерение абсолютной активности препарата Р³² (S³⁵) методом 4π-счетчика

С 4π-счетчиками работа ведется по группам (каждая группа включает 5—6 курсантов). После ознакомления с устройством счетчика СА-4π-БФЛ каждая группа получает кольцо с пленкой и препаратом и такое же кольцо без препарата (для

измерения фона). Каждый курсант получает, кроме того, алюминиевую чашечку с препаратом, приготовленным из того же раствора и тем же способом, как в случае препарата на пленке. Объемы капель v мл, взятых для получения того и другого препарата, одинаковы и сообщаются преподавателем, наряду с наименованием изотопа, перед началом работы.

Поместить препарат в 4π-счетчик и подготовить последний к работе, согласно инструкции. После продува счетчика газом в течение 10 минут определить начальное напряжение V_n и выбрать рабочее напряжение (обычно $V_p = V_n + 100$ вольт). Для контроля стабильности работы 4π-счетчика провести пятикратное измерение скорости счета по 1 минуте при рабочем напряжении.

Препарат (P^{32} или S^{35}) измеряется в течение 5 минут. Затем нужно разобрать 4π-счетчик (предварительно снять напряжение!), вынуть кольцо с препаратом, поставить на его место кольцо с «пустой» пленкой и снова собрать счетчик. После 5-минутного продува измеряется фон 4π-счетчика при $V = V_p$ в течение 5 минут. Результаты измерений заносятся в таблицу 2.

Таблица 2
Абсолютные измерения в 4π-счетчике СА-БФЛ

$V_n = \dots$ вольт; $V_p = \dots$ вольт; $k = 64$

Препарат \dots Объем капли $v = \dots$ мл

Дата	1 мин	$\sigma(t)$	n имп	N имп/мин	$N_0 = NKt$	1 ф мин	n_f имп	N_f имп/мин	$N_{из} = N_0 - N_f$ имп/мин
5						5			

При необходимости ($N > 2000$ имп/мин) поправку на мертвое время учесть по формуле (4), приняв для 4π-счетчика $\tau = 3,6 \cdot 10^{-4}$ сек. $6 \cdot 10^{-6}$ мин. Окончательные результаты записать в виде:

$N_{из} = \dots \pm \dots$ имп/мин

$A_{из} = \dots$ микрюри.

Удельная активность раствора $a_{уд} = \frac{A}{v} = \dots$ мккюри/мл

Упражнение 2

Калибровка торцового счетчика Т-25-БФЛ по 4л-счетчику
СА-4л-БФЛ. Определение эффективности счета F

Препарат P^{32} (S^{35}) на алюминиевой чашечке поместить в гнездо плексигласовой подставки, которую установить на 4-ю позицию «этажерки» в свинцовом домике (стандартные условия). Измерить скорость счета препарата со статистической точностью не хуже 2%. При измерении фона убрать алюминиевую чашечку с препаратом, оставив на месте плексигласовую подставку.

Заполнить таблицу по следующей форме.

Таблица 3

Измерение активности препарата в стандартных
условиях при помощи торцового счетчика Т-25-БФЛ

Счетчик Т-25-БФЛ № ; $d_{ст} = \dots$ мг/см²;

$V_p \approx \dots$ вольт; $\kappa=64$; позиция № 4; препарат на
Al-чашечке в плексигласовой подставке; $\delta_{пр} = 2\%$.

t мин	a(b)	n имп	N имп/мин	$N_0 = NK_t$ имп/мин	$t_{ф}$ мин	$n_{ф}$ имп	$N_{ф}$ имп/мин	$N_t = N_0 - N_{ф}$ имп/мин	$D_{пр}$ имп/мин	$\delta_{пр} \%$

Поправку на мертвое время, по-видимому, здесь не нужно вводить, так как должно быть $N < 2000$ имп/мин. Если это условие не соблюдается, то поправка вводится по соответствующей таблице для данного торцового счетчика, имеющейся у каждого курсанта (см. работу № 5).

Результат записать в виде: $N_t = \dots \frac{\text{имп}}{\text{мин}}$

Вычислить эффективность счета F, пользуясь данными 1 и 2 упражнений:

$$F = \frac{N_t}{N_{4\pi}} = \dots$$

Определить число импульсов в минуту при измерении активности данного препарата в стандартных условиях на торцовом счетчике, соответствующее 1 микрокюри:

$$B = \frac{N_T}{A_{4\pi}} = \dots \dots \dots \frac{\text{имп/мин}}{\text{мккюри}}$$

Упражнение 3

Определение абсолютной активности препарата . . . методом торцового счетчика с фиксированной геометрией

Чашечку с препаратом установить на центр алюминиевой пластинки, которая помещается на 4-ю позицию «этажерки». Алюминиевую диафрагму поместить на 1-ю позицию. Произвести измерения активности препарата, набирая не менее 5000 импульсов ($\delta_{\text{пр}} \leq 1,5\%$); для этого предварительно рассчитать продолжительности измерений t и $t_{\text{ф}}$.

Определить абсолютную активность препарата (см. формулу 15) в микрокюри. При вычислении необходимых поправок иметь в виду следующее:

а) радиус диафрагмы r и расстояние от препарата до верхнего края диафрагмы h измерять при помощи штанген-циркуля с точностью до 0,1 мм;

б) геометрический фактор η определять с точностью до третьего знака после запятой;

в) при расчете поправки на поглощение $K_{\text{п}}$ воспользоваться экспоненциальной зависимостью $K_{\text{п}} = e^{-\mu z_{\text{эфф}}}$, где μ берется из результатов соответствующего упражнения работы № 9, а $z_{\text{эфф}}$ включает толщину слюды счетчика $d_{\text{ст}}$ и толщину слоя воздуха между препаратом и слюдой счетчика — $x_{\text{в}} \cdot \rho_{\text{в}}$, причем $\rho = 1,3 \text{ мг/см}^3$; переход от z к $z_{\text{эфф}}$ для данного значения η осуществляется по данным таблицы 3 из работы № 9;

г) толщина препарата $l < 0,1 \text{ мг/см}^2$;

д) толщина алюминиевой подложки, включая чашечку и подставку, составляет $d = 52 \text{ мг/см}^2$; соответствующая поправка на обратное рассеяние q находится из экспериментальных графиков работы № 11;

е) эффективность бета-счетчика $\varepsilon_{\beta} = 1$.

Результаты измерений и промежуточных вычислений удобно свести в таблицу.

Таблица 4

Определение абсолютной активности препарата
методом торцового счетчика с фиксированной геометрией.
Счетчик Т-25-БФЛ №

t мин	a (b)	n илп	N илп/мин	t_{ϕ} мин	N_{ϕ} илп/мин	$N_0 - NK$ илп/мин	$N_{\phi} - N_{\phi 0}$ илп/мин	η	K_{Π}	s	q	A_T мкюри

Окончательный результат:

$A_T = \dots \dots \dots$ мкюри

сравнить с абсолютной активностью $A_{4\pi}$, полученной при помощи 4π -счетчика.

ЛИТЕРАТУРА

1. «Исследования в области дозиметрии ионизирующих излучений». Сб. статей, стр. 3—71, Изд. АН СССР Москва, 1957.
2. К. Ф. Вейсс «Радиоактивные стандартные препараты». Физматгиз, Москва, 1958.
3. С. П. Целищев и А. О. Фурман «Поглощение бета-излучения в тонких слоях вещества и его роль при абсолютных измерениях бета-активности». Известия ТСХА, № 3, 1957.
4. «Бета и гамма-спектроскопия» под редакцией К. Зигбана, стр. 745, Физматгиз, Москва, 1959.
5. К. К. Аглинцев «Дозиметрия ионизирующих излучений», стр. 193 и далее. ГИТТЛ, Москва, 1957.
6. «Счетчик СА-БФЛ» Описание и инструкция (составлено С. П. Целищевым и А. О. Фурманом), экспериментально-механическая мастерская ТСХА, Москва, 1957.

ОГЛАВЛЕНИЕ

Работа № 8. Определение периода полураспада радиоактивного изотопа	3
Работа № 9. Изучение поглощения бета-частиц в веществе. Определение коэффициентов поглощения бета-излучения P^{32} и S^{35}	20
Работа № 10. Определение максимальной энергии бета-спектра методом полного поглощения. Идентификация изотопа	40
Работа № 11. Самоослабление бета-излучения в образце. Обратное рассеяние бета-излучения от подложки образца	51
Работа № 12. Измерения малых активностей при помощи газопроводного счетчика типа СОР-30-БФЛ	70
Работа № 13. Измерения абсолютной активности источников бета-излучения	81

Sanitized Copy Approved for Release 2011/01/24 : CIA-RDP80T00246A057500110001-1

Цена 2 р. 50 к.

Л 113294 11/III- 60 г. Объем 6 $\frac{3}{4}$ п. л. Тип. ТСХА. Зак. 1970. Тир. 3000

Sanitized Copy Approved for Release 2011/01/24 : CIA-RDP80T00246A057500110001-1

ОПЕЧАТКИ
к выпуску I

Страница	Строка	Напечатано	Должно быть
44	3 снизу	N	N _ф
74	6 снизу	$\eta = \frac{1}{2\pi r} \arcsin \frac{r}{l}$	$\eta_1 = \frac{l}{\pi \sqrt{l^2 + h^2}} \arcsin \frac{r}{h}$
92	4 снизу	$\sigma_{пр}$	$\delta_{пр}$

к выпуску II

Страница	Строка	Напечатано	Должно быть
9	4 сверху	относительно	относительно
55	12 сверху	фф	$l_{эфф}$
57	9 снизу	d	$d_{1/2}$
57	8 снизу	экспериментальной	экспериментальный
70	8 снизу	эффеткивности	эффективности
76	10 снизу	Упражнение 7	Упражнение 1
94	14 снизу	неверняка	наверняка
104	3 сверху	геонетрией	геометрией

Sanitized Copy Approved for Release 2011/01/24 : CIA-RDP80T00246A057500110001-1

Цена 2 р. 50 к.

Sanitized Copy Approved for Release 2011/01/24 : CIA-RDP80T00246A057500110001-1

МОСКОВСКАЯ ОРДЕНА ЛЕНИНА СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННАЯ
АКАДЕМИЯ имени К. А. ТИМИРЯЗЕВА

Радиоизотопная лаборатория

*В. В. Рачинский, А. Г. Трещов,
И. В. Колосов, Т. П. Шитт*

**Практикум по применению
изотопов и излучений
в сельском хозяйстве**

Выпуск IV

**ТЕХНИКА ЗАЩИТЫ ПРИ РАБОТЕ
С РАДИОАКТИВНЫМИ ВЕЩЕСТВАМИ**

МОСКВА—1959

МОСКОВСКАЯ ОРДЕНА ЛЕНИНА СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННАЯ
АКАДЕМИЯ имени К. А. ТИМИРЯЗЕВА

Радиоизотопная лаборатория

В. В. РАЧИНСКИЙ, А. Г. ТРЕЩОВ,
И. В. КОЛОСОВ и Т. П. ШИТТ

**Практикум по применению
изотопов и излучений
в сельском хозяйстве**

Выпуск IV

**ТЕХНИКА ЗАЩИТЫ ПРИ РАБОТЕ
С РАДИОАКТИВНЫМИ ВЕЩЕСТВАМИ**

*Под общей редакцией
доктора химических наук
В. В. РАЧИНСКОГО*

МОСКВА — 1959

ПРЕДИСЛОВИЕ

Прежде чем приступить непосредственно к препаративной и аналитической работе с радиоактивными веществами в открытом виде, необходимо получить некоторые предварительные навыки в обращении со средствами индивидуальной защиты, с защитным оборудованием и приспособлениями, с методами дезактивации материалов, загрязненных радиоактивными веществами. Этой цели и служит та часть практикума, которая может быть несколько условно названа «Техника защиты при работе с радиоактивными веществами».

После окончания этой части практикума учащиеся переходят к выполнению лабораторных работ по радиохимии, описание которых будет дано в следующем пятом выпуске.

РАБОТА 1

Практическое ознакомление со средствами индивидуальной защиты, защитным оборудованием и приспособлениями, применяющимися при работе с радиоактивными веществами

При работе с радиоактивными веществами создаются две опасности для здоровья человека—опасность от внешнего облучения и опасность от внутреннего облучения при попадании радиоактивных веществ в организм через дыхательные и пищеварительные органы, кожу.

Для того чтобы работа с радиоактивными веществами была максимально безопасной, необходимо применять средства индивидуальной защиты, различное защитное оборудование и приспособления.

Применение тех или иных средств защиты зависит от характера работы, свойств радиоактивных веществ и свойств ядерных излучений. Так, например, при работе с радиоактивными веществами в закрытом виде (применение радиоактивных изотопов в качестве источников излучений) необходимо обеспечивать защиту человека только от внешнего излучения. При работе с радиоактивными веществами в открытом виде (препаративная, аналитическая работа), кроме защиты от внешнего облучения, необходимо обеспечивать полную защиту человека от попадания радиоактивных веществ внутрь организма.

Данная работа имеет цель ознакомить обучающихся с основными средствами индивидуальной защиты и особенностями их использования, с различным защитным оборудованием и приспособлениями, их назначением, ознакомиться с оборудованием радиохимической лаборатории и хранилища изотопов и, наконец, завершить работу подготовкой своего рабочего места в радиохимической комнате.

I. Ознакомление со средствами индивидуальной защиты.

Основное назначение средств индивидуальной защиты — защитить работающего от попадания радиоактивных веществ



Рис. 1. Образцы халата, шапочки и нарукавников.

внутри организма. Кроме того, средства индивидуальной защиты обеспечивают иногда полную, а чаще всего частичную защиту от внешнего облучения. При работе с изотопами, излучающими мягкие бета-лучи (углерод-14, сера-35 и др.), или изотопами, излучающими альфа-лучи, можно не применять каких-либо защитных экранов, так как уже посуда, одежда и перчатки полностью поглощают такие излучения. В других

же случаях, кроме средств индивидуальной защиты, необходимо применять дополнительные средства защиты от внешнего облучения (экраны, дистанционный инструмент и т. д.).

Приводим краткую характеристику основных средств индивидуальной защиты.

Халаты. Все работы с радиоактивными веществами

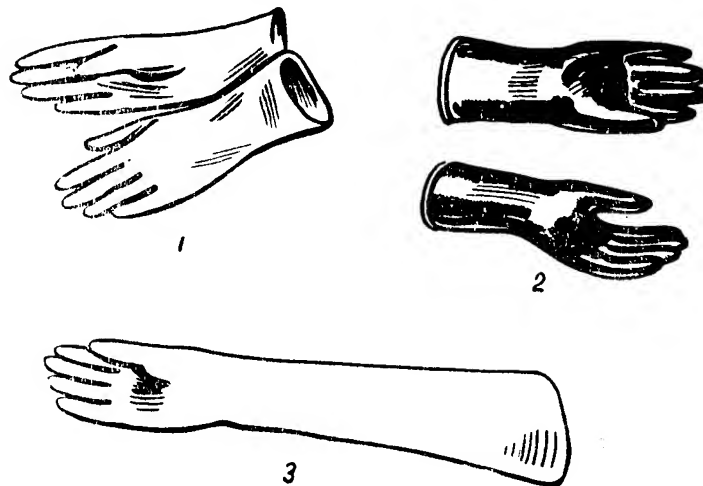


Рис. 2. Различные типы резиновых перчаток: 1—хирургические, 2—анатомические (из толстой резины), 3—перчатки с длинными рукавами для защитных камер.

проводятся только в халатах. Халаты изготавливаются из гладкой белой и прочной ткани (сатин, моескин). Ворот у халата закрытый, завязки — на спине.

Шапочка. Применяется для защиты головы и волос от радиоактивной пыли и закрепляет волосы на голове. Она изготавливается из той же ткани, что и халаты.

Нарукавники. Применяются для предохранения рукавов халата от загрязнения радиоактивными веществами. Наружавники делают из хлопчатобумажной ткани (сатин, моескин), из прорезиненных тканей и различных пластикутов.

Халат, шапочка и нарукавники изображены на рис. 1.

Фартук. Применяется при работе, во время которой возможно разбрызгивание радиоактивных веществ (мытьё посуды, переливание больших количеств радиоактивных жидко-

стей и т. п.). Фартуки следует делать из клеенчатой ткани или пластикатов.

Резиновые перчатки. Все работы с радиоактивны-



Рис. 3. Образцы обуви, применяющейся при работе в радиоизотопных лабораториях: 1—резиновые галоши, 2—резиновые чуны, 3—бахилы из специальной резины, 4—ботинки, 5—сапоги из специальной резины, 6—бахилы из пластиката.

ми веществами нужно обязательно проводить в резиновых перчатках. Применяются обычно хирургические перчатки. В тех случаях, когда проводятся работы, при которых можно легко порвать хирургические перчатки (переноска оборудования, сборка оборудования и т. д.), лучше применять анатоми-

ческие или даже толстослойные резиновые перчатки (типа электромонтерских). При работе в защитных шкафах и боксах применяются перчатки с длинными рукавами. Различные типы резиновых перчаток показаны на рис. 2.



Рис. 4. Халат из пластика.



Рис. 5. Комбинезон из пластика.

Очки. Применяются для защиты глаз как от прямого попадания брызг радиоактивных жидкостей или радиоактивной пыли, а также для защиты глаз от облучения.

При работе с материалами, содержащими бета-активные изотопы, применяют очки из обычного стекла или из плексигласа. Защита глаз от гамма-излучения производится с помощью очков из свинцовых стекол или стекол с фосфатом вольфрама. Для защиты от нейтронов применяют стекла, со-

держат борсиликат кадмия или фтористые соединения.

Респираторы. Применяются для защиты дыхательных путей от попадания радиоактивной пыли и паров, например, при растирании твердых материалов, при работе с почвой, содержащей радиоактивные вещества и т. д. Для защиты от радиоактивной пыли можно пользоваться марлевой повязкой, закрывающей рот и нос.



Рис. 6. Работа в пневмокостюме со скафандром.

Обувь. При работе в радиоизотопных лабораториях рекомендуется надевать отдельную обувь, например тапочки на резиновой подошве. В отдельных случаях при работах, связанных с возможностью загрязнения радиоактивностью ног, применяется специальная обувь (рис. 3).

Халаты из пластика и комбинезоны. Применяются обычно при работе с большими активностями, при

монтажных работах, при ремонте канализации в радионезополненной лаборатории и т. п. Образец халата из пластика показан на рис. 4, комбинезона—на рис. 5.

Пневмокостюмы. Применяются при заходе в шкафы, боксы, камеры, помещения, загрязненные радиоактивной пылью или парами, при авариях, ремонте оборудования и т. д. Защита работающего обеспечивается нагнетанием в пневмокостюм со скафандром воздуха (рис. 6).

УКАЗАНИЕ

Прежде чем приступить к выполнению упражнений практикума по технике защиты, необходимо обязательно изучить официальные, действующие в СССР, а также местные лабораторные инструкции по технике безопасности работы с радиоактивными веществами.

Упражнение 1

1. Детально осмотреть различные средства индивидуальной защиты.

2. Получить комплект средств индивидуальной защиты: халат, шапочку, нарукавники, фартук, тапочки, резиновые перчатки, очки, респиратор. Осмотреть их исправность и в случае обнаружения неисправности поправить или заменить их. Особое внимание обратить на целостность хирургических перчаток. Перчатки не должны иметь проколов или разрывов. Проверка перчаток проводится путем вдувания в них воздуха. Если перчатки надуваются и воздух не проходит через них, то они исправны.

3. Потренироваться в надевании и снятии различных средств индивидуальной защиты. Надевание провести в следующем порядке: надеть халат, тапочки, перчатки, нарукавники, фартук, респиратор. Халат и тапочки надеть в раздевалке. Перчатки, нарукавники, фартук и респиратор надеваются в радиохимической комнате. Перчатки надо подобрать строго по руке (запомнить размер). Перед их одеванием посыпать руки тальком, а затем несколько раз надеть и снять их, причем строго следить за тем, чтобы не прикасаться голыми пальцами к наружной стороне перчаток и не допускать соприкосновения их внутренней и внешней стороны.

При одевании перчаток следует пальцами голых рук брать за внутреннюю сторону манжеты, а пальцами руки,

одетой в перчатку братья за внешнюю сторону манжеты второй перчатки. Манжеты должны находить на рукава халата.

Так как руки иногда потеют в резиновых перчатках, то рекомендуется просушивать перчатки с внутренней стороны, а затем, вывернув их на лицевую сторону и пересыпав тальком, уложить в стол.

Средства индивидуальной защиты—перчатки, фартук, респиратор и др.—следует надевать, снимать и хранить так, чтобы их наружная и внутренняя стороны не соприкасались во избежание загрязнения внутренней поверхности этих предметов.

Халат, шапочка и фартук после работы помещаются в индивидуальном шкафчике для хранения спецодежды, а перчатки, респиратор и очки—в ящиках рабочего стола.

Каждый, работающий в радиоизотопной лаборатории, должен систематически следить за исправностью средств индивидуальной защиты и проверять их чистоту с помощью дозиметров.

4. Получить индивидуальный дозиметр, записать его номер и зарядить его (см. практикум по дозиметрии). В дальнейшем систематически вести контроль показаний индивидуального дозиметра.

II. Ознакомление с защитным оборудованием и приспособлениями

Одних средств индивидуальной защиты недостаточно для того, чтобы сделать безопасной работу с радиоактивными веществами. Дальнейшая защита обеспечивается с помощью специального защитного оборудования и приспособлений. Часть такого оборудования предохраняет работающего только от внешнего облучения, другая часть применяется для предотвращения попадания радиоактивных веществ в организм человека. Наконец, применяется различной сложности комбинированное оборудование, обеспечивающее защиту от внешнего облучения и от попадания радиоактивных веществ вовнутрь.

Приводим краткую характеристику отдельных видов защитного оборудования и приспособлений для работы с радиоактивными веществами.

1) Оборудование для защиты от внешнего облучения.

Контейнеры для транспортировки и хранения радиоактивных веществ. Радиоактивные препараты помещаются в хорошо герметизированную стеклянную, а реже металлическую упаковку: в запаянные ампулы, в пробирки, баночки и склянки с притертыми пробками. Все это укладывается в специальные контейнеры, в которых радиоактивные препараты транспортируются и времен-

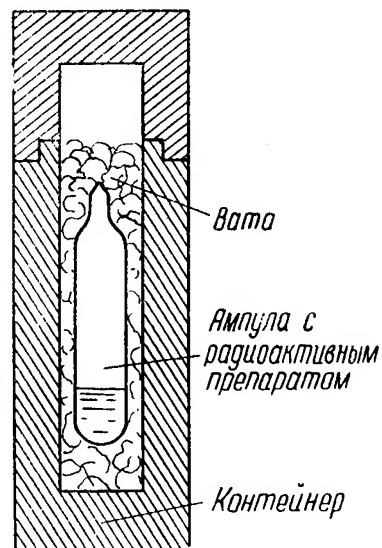


Рис. 7. Упаковка ампулы с радиоактивным препаратом в контейнере.

но хранятся. При этом тару с радиоактивным препаратом всегда перекладывают ватой, предохраняющей тару от сотрясений и поломки (рис. 7). Для транспортировки и хранения гамма-активных препаратов применяются свинцовые или железные контейнеры. Их устройство, толщина стенок зависят от активности радиоизотопов и энергии их излучений. Различные образцы контейнеров показаны на рис. 8. Для перевозки и хранения радиоактивных веществ нужно применять такие контейнеры, толщина стенок которых обеспечивает снижение уровня радиации до допустимой дозы (см. инструкцию по технике безопасности и приложения к ней).

Для бета-активных веществ применяются легкие контейнеры из пластмассы. Толщина стенок таких контейнеров рассчитана на поглощение жестких бета-лучей.

Для перевозки и хранения нейтронных источников применяются специальные контейнеры, обеспечивающие защиту от нейтронов и гамма-излучений.

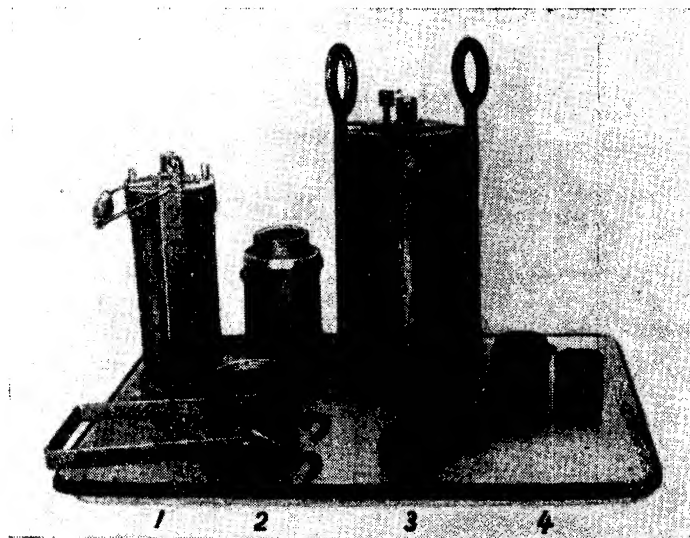


Рис. 8. Контейнеры для транспортировки и хранения радиоактивных препаратов: 1—тип КС-20, 2—тип МТ, 3—тип КВ-36-45, 4—тип АК(В) с вкладышем

Экраны. При работе с радиоактивными веществами в целях максимальной защиты от внешнего облучения следует применять специальные экраны.

Целесообразность применения тех или иных защитных экранов определяется типом излучения и активностью источника излучения.

Так, при работе с мягкими бета-излучателями, как уже отмечалось, нецелесообразно применять защитные экраны.

Для радиоактивных веществ, испускающих жесткое бета-излучение, необходимо применять защитные экраны из стекла или плексигласа. Толщина экрана, обеспечивающая полное

поглощение бета-лучей, определяется по таблицам в справочной литературе или в приложении к инструкции по технике безопасности. Расчет производят на поглощение наиболее жесткой компоненты спектра бета-лучей (обычно 2 мэв).

Для работы с гамма-активными веществами применяют экраны из толстослойного свинцового стекла, а если такие экраны не обеспечивают безопасности работы, то выкладывают стенку из свинцовых, чугунных кирпичей или бетонных

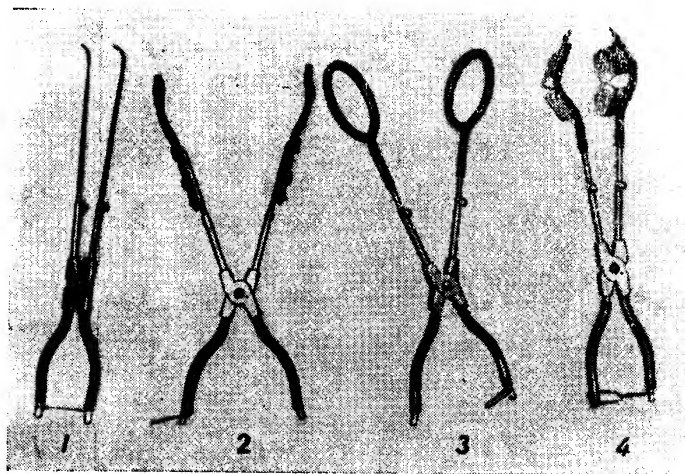


Рис. 9. Набор щипцов для дистанционной работы с радиоактивными веществами: 1—для чашек, 2—для стаканов и других широких сосудов, 3—для круглых колб, 4—для стаканов.

блоков. Наблюдение за работой иногда приходится вести, пользуясь зеркалом или специальным перископом.

Дистанционный инструмент (щипцы и манипуляторы). При работе с гамма-активными и бета-активными изотопами больших энергий, кроме экранирования рабочего места, сокращения времени пребывания возле радиоактивного вещества, применяют всевозможные дистанционные инструменты (щипцы и манипуляторы), позволяющие увеличить расстояние между источником излучения и работником. Конструкция и форма инструмента зависят от его назначения. Так, форма зажимных губок ручных щипцовых захватов соответствует форме и размерам лабораторной посуды. В отличие

от щипцов манипуляторы имеют запирающее устройство для удерживания посуды. Кроме того, у них можно регулировать величину захвата губок. Набор дистанционного инструмента (щипцов и манипуляторов) показан на рис. 9 и 10.

2) Различные защитные приспособления. Автоматические пипетки. Так как не разре-

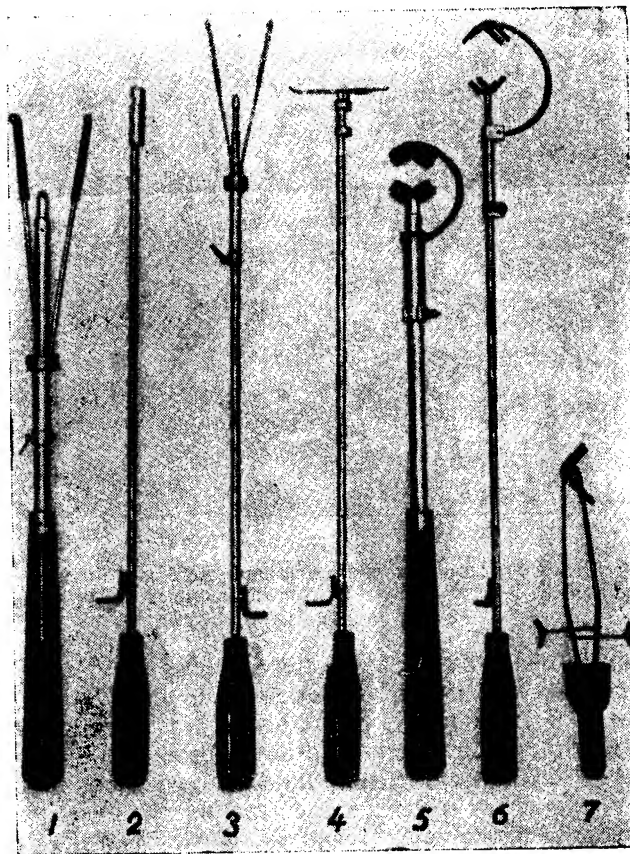


Рис. 10. Набор манипуляторов для дистанционной работы с радиоактивными веществами: 1—малый захват для чашек, 2—для стеклянных палочек, 3—длинный захват для чашек, 4—пинцет, 5—короткий захват для колб, 6—длинный захват для колб, 7—захват для пробирок, ампул.

шается засасывание радиоактивных жидкостей в пипетки ртом, то для этого применяют различные механические поршневые приспособления. Наилучшим образом этой цели служат автоматические пипетки, позволяющие брать и переносить нужные объемы радиоактивных жидкостей.

Шп р и ц ы. В качестве поршневых приспособлений для засасывания в пипетки радиоактивных жидкостей часто применяют медицинские шприцы.

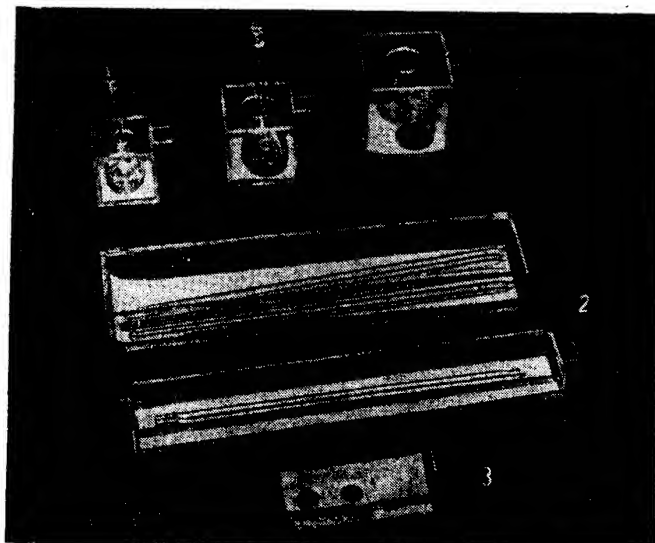


Рис. 11. Предохранительные коробки из плексигласа: 1 — для колб, стаканов и бюксов, 2—для пипеток, 3—для радиоактивных препаратов.

Для засасывания радиоактивных жидкостей в пипетки применяют также резиновые груши.

Предохранительные коробки для химической посуды. Такие коробки очень удобны в работе с радиоактивными веществами, так как они предохраняют химическую посуду от опрокидывания и разбивания. Даже в случае разбивания посуды радиоактивное вещество останется в такой коробке.

Кроме этого, в стенках предохранительной коробки происходит частичное или полное поглощение бета-излучения радиоактивных веществ.

Коробки могут быть одно- или многогнездные; сделаны они обычно из плексигласа или пластмасс (см. рис. 11). Для тех же целей можно использовать фарфоровые стаканы.

Коробки для переноса радиоактивных препаратов. Для обеспечения безопасного переноса и сохранности радиоактивных препаратов, проб и эталонов применяют плоские предохранительные коробки (рис. 11). Кроме этого, в стенках коробки полностью или частично поглощается бета-излучение препаратов.

Противни. Для предотвращения загрязнений лабораторного стола радиоактивностью применяются противни, на которые устанавливается все необходимое для работы оборудование. Противни обязательно покрывают фильтровальной бумагой, которую после окончания работы или в случае загрязнения удаляют в отбросы*. Противни изготовляют из нержавеющей стали, пластмассы или из эмалированного металла.

Контейнеры для радиоактивных отбросов. Важным элементом работы с радиоактивными веществами является правильный сбор и транспортировка радиоактивных отбросов. Для этой цели применяют специальные контейнеры. Контейнеры для радиоактивных отбросов классифицируют по типу излучения, по уровню активности, количеству и агрегатному состоянию радиоактивных отбросов. Они должны обеспечивать полную безопасность персонала, работающего в лаборатории, быть удобны для загрузки, транспортировки и разгрузки.

Защитные экраны на раковинах. При мытье рук и посуды в раковине могут возникать брызги воды, загрязненной радиоактивностью. Чтобы предотвратить попадание брызг на халат, раковины снабжаются специальными плексигласовыми защитными экранами (козырьками). В таких экранах делают удобные выемки для рук.

Педальные краны. Раковины в радиоизотопных лабораториях имеют педальное или локтевое управление для пуска горячей и холодной воды.

3) Комбинированное защитное оборудование.

Защитные камеры с манипуляторами при-

* Правила удаления отбросов см. в инструкциях по технике безопасности.

меняются для работы с большими активностями рис. 12. Обычно такие камеры устанавливают в комнатах, где производится дальнейшая расфасовка больших количеств радиоактивных веществ порядка 10—100 милликюри и выше. Такие защитные камеры устроены довольно сложно. Они имеют специальные дистанционные манипуляторы для проведения всех необходимых операций по разгрузке и загрузке контейнеров, по вскрытию ампул, проведению разбавлений и т. д. В камерах создается разрежение воздуха (вакуум около 20 мм вод. ст.). Имеются специальные сливы и сборники для радиоактивных отходов, подведены горячая и холодная вода, электроток, сжатый воздух, вакуум. В лабораториях, применяющих изотопы в агробиологических исследованиях, такие камеры следует устанавливать в хранилище изотопов или в смежной комнате, в которой производят операции по разведению и разбавлению больших активностей.

Радиохимические вытяжные шкафы. В радиохимических лабораториях производится аналитическая и препаративная работа с радиоактивными веществами. В таких лабораториях необходимо устанавливать специальные вытяжные шкафы, и все работы, связанные с образованием радиоактивной пыли, паров и газов следует проводить только в этих шкафах. К шкафам подведены необходимые коммуникации: горячая и холодная вода, газ, вакуум, сжатый воздух и электрический ток. Шкафы могут быть снабжены резиновыми перчатками с длинными рукавами. Скорость потока воздуха в открытом проеме шкафа должна быть не менее 0,7 м/сек. Устройство одного из образцов вытяжного шкафа показано на рис. 13.

Боксы. Для проведения различных операций с радиоактивными материалами в радиоизотопных лабораториях применяют специальные защитные боксы. Конструкция боксов может быть весьма разнообразной и определяется конкретными требованиями работы. Так, например, на рис. 14 показан образец плексигласового бокса с длинными перчатками, предназначенного для растирания растительных материалов. В боксе создается небольшой вакуум в целях предотвращения вылетания из бокса радиоактивной пыли.

Необходимо отметить, что по мере развития работ с применением радиоактивных изотопов, техника защиты непрерывно совершенствуется. Появляются все новые и новые образцы различного защитного оборудования.

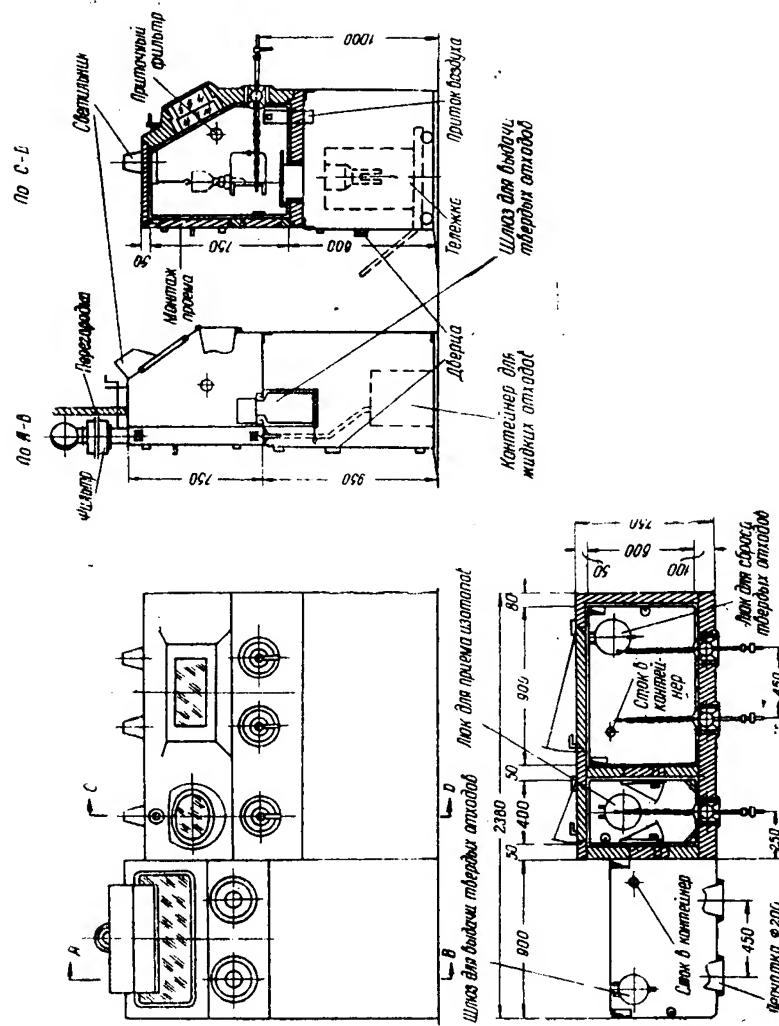


Рис. 12. Универсальная двухсекционная защитная камера, предназначенная для работы с альфа-, бета- и гамма-активными веществами.

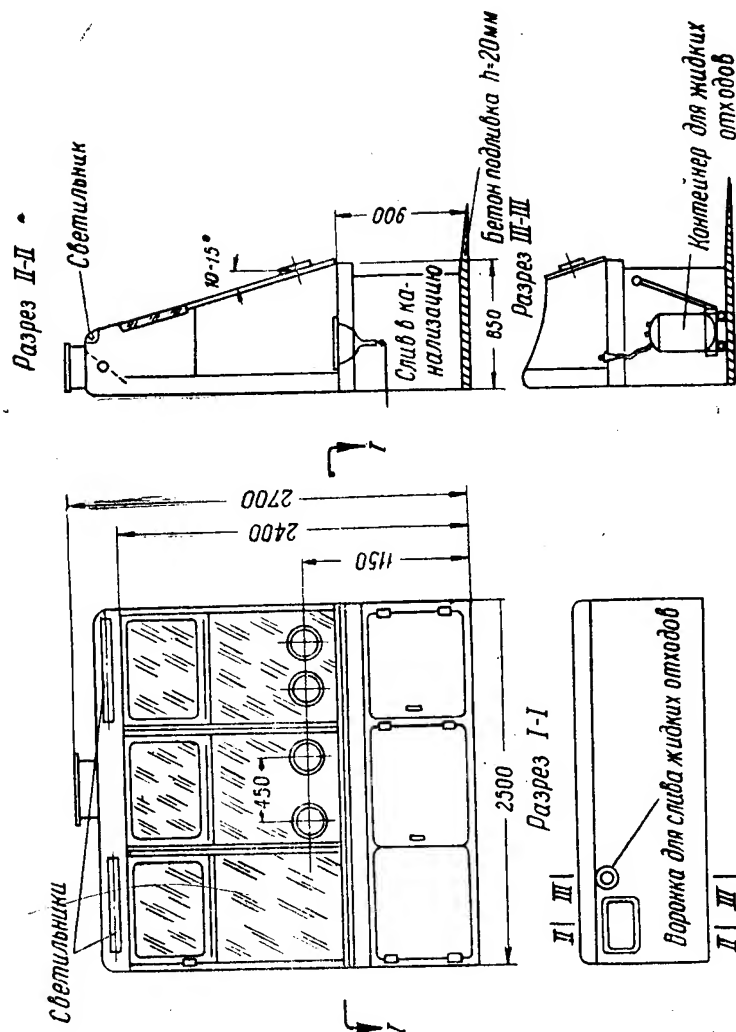


Рис. 13. Радиохимический вытяжной шкаф.

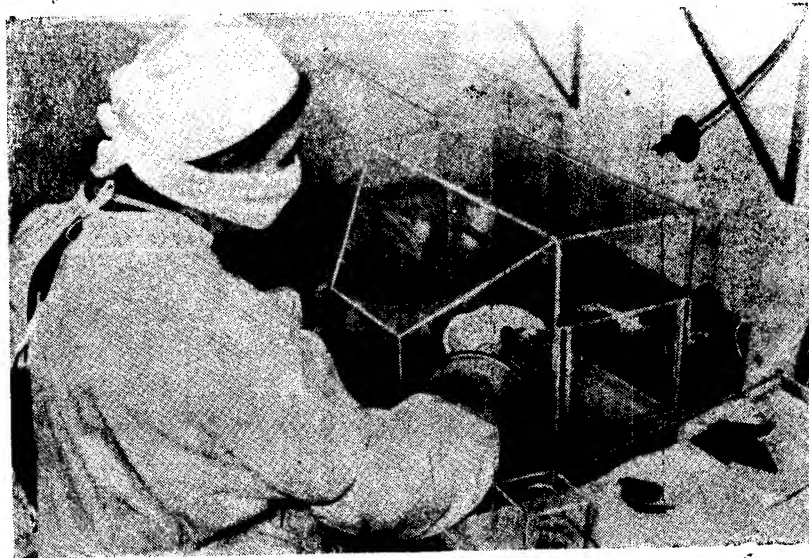


Рис. 14. Растирание радиоактивного препарата в защитной камере.

Упражнение 2

1. Детально осмотреть все имеющееся в лаборатории защитное оборудование и приспособления для работы с радиоактивными веществами. Записать назначение и приемы их использования.

2. Познакомиться со стационарным оборудованием рабочего места и проверить его исправность, в частности, узнать расположение, проверить исправность кранов для включения горячей и холодной воды, газа, вакуума и сжатого воздуха.

3. Получить комплект оборудования и приспособлений, необходимых для работы в радиохимической комнате. Проверить исправность полученного оборудования. Каждый получает следующий комплект оборудования:

- 1) Защитный экран.
- 2) Протигень из нержавеющей стали или металлический эмалированный.
- 3) Штатив химический с лапками.
- 4) Коробка большая плексигласовая для растительных материалов и препаратов.

- 5) Коробка из плексигласа для пипеток.
- 6) Штатив из плексигласа для фильтрования.
- 7) Прибор для приготовления стандартных осадков.
- 8) Коробка из плексигласа для эталонов.
- 9) Коробки из плексигласа разных размеров для колбочек.
- 10) Штатив для пипеток (один на два рабочих места).
- 11) Фарфоровые кружки.
- 12) Промывалка с грушей.
- 13) Чашки Петри.
- 14) Пипетки, колбочки, стаканчики, воронки.
- 15) Шприцы для работы с радиоактивными растворами.
- 16) Пинцет, ножницы, скальпель.
- 17) Набор дистанционных инструментов.

На радиохимическом столе оставить: противень, устланный фильтровальной бумагой, защитный экран и штатив, с закрепленным в нем шприцем. Остальное оборудование и посуду следует убрать в шкаф радиохимического стола. Более подробные указания об оборудовании рабочего места даются преподавателем.

РАБОТА 2

Тренировка в использовании защитного оборудования и приспособлений для работы с радиоактивными веществами

Прежде чем приступить к работе непосредственно с радиоактивными веществами, необходимо приобрести определенные навыки в технике работы с защитным оборудованием и приспособлениями.

Данная работа посвящена тренировке в использовании защитного оборудования и приспособлений при проведении некоторых основных операций в радиохимических лабораториях. Особенно большое значение приобретает такая тренировка при работе с радиоактивными веществами с высокой активностью, а также при работе с гамма-активными веществами. Для обеспечения максимальной безопасности и предотвращения случайных промахов, аварий и ошибок при работе с радиоактивными веществами рекомендуется провести сначала так называемый «холостой» опыт (имитация) без радиоактивного изотопа, на котором можно отработать все детали предстоящих операций с радиоактивными веществами. В данной работе все операции с радиоактивными веществами имитируются.

Необходимо так строить препаративную работу с радиоактивными веществами, чтобы по возможности меньше загрязнять ими оборудование и посуду. Нужно обходиться минимумом оборудования и посуды, по возможности пользоваться оборудованием и посудой малых габаритов. Все это обеспечит наименьшее рассеивание радиоактивных веществ в окружающей среде, устранит необходимость проведения дезактивации большого количества оборудования и посуды, и тем самым будут созданы наименее опасные условия для работы.

Упражнение 1

Вскрытие и разгрузка контейнера, вскрытие ампулы с гамма-активным препаратом

Работа с доставленным в лабораторию радиоактивным препаратом начинается со вскрытия и разгрузки контейнера, а затем вскрытия и разгрузки ампулы с радиоактивным веществом. Эти операции производят в специальном радиохимическом шкафу, имеющем отверстия для крепления перчаток с длинными рукавами. В данном упражнении поставлена следующая задача: получен препарат йода—131 в контейнере типа С-30 общей активностью 5 милликюри в виде раствора NaI объемом в 2 мл. Нужно вскрыть контейнер, извлечь ампулу, вскрыть ее и перенести ее содержимое в мерную колбочку на 25 мл.

Необходимое оборудование и посуда

- 1) Кусачки, напильник, пинцеты с резиновыми наконечниками из набора дистанционных инструментов.
- 2) Электроприбор для вскрытия ампул*.
- 3) Пипетка и шприц, закрепленные в штатив; мерная колбочка с притертой пробкой на 25 мм в защитной коробке из плексигласа;
- 4) Фарфоровая кружка для радиоактивных отходов, фильтровальная бумага.
- 5) Противень и защитный экран (из плексигласа для бета-активных и из свинцового стекла для гамма-активных веществ).
- 6) Свинцовая подставка для ампулы.

Ход работы

1. Подготовить рабочее место в радиохимическом шкафу: установить эмалированный противень, положить на его дно лист фильтровальной бумаги, поставить на нее штатив со шприцем и пипеткой, мерную колбочку на 25 мл в плексигласовой коробке, промывалку, фарфоровую кружку, свинцовую подставку, защитный экран. На плексигласовой коробке сделать надпись: дата приготовления раствора радиоактивного изотопа, наименование изотопа, общая и удельная активность «радиоактивного раствора».

* Устройство прибора см. в приложении к данной работе.

Проверить исправность электроприбора для вскрытия ампул. Более подробные указания по подготовке рабочего места дает преподаватель.

2. Получить опломбированный контейнер с «радиоактивным препаратом» йода-131 в соединении NaJ. Контейнер поставить на противень в шкафу в удобном для дальнейшей работы месте. Закрывать окно шкафа и вложить руки в длинные перчатки.

3. Кусачками перекусить проволоку у пломбы и открыть крышку контейнера. Дистанционным пинцетом вынуть из контейнера вату и положить ее в фарфоровую кружку для отбросов.

4. Осторожно вынуть из контейнера ампулу и по возможности без задержки перенести ее в свинцовую подставку. Рекомендуется эту операцию проделать несколько раз, чтобы добиться быстрого и четкого выполнения этой операции. Из контейнера вынуть пинцетом и перенести в фарфоровую кружку остатки ваты.

5. Сделать напильником насечку на верхнем конце ампулы. Включить электроприбор для вскрытия ампул и раскаленным кольцом «обжечь» верхнюю часть ампулы на уровне насечки. Нежелательно, чтобы кончик сразу отделился и упал. Следует, чтобы появилась трещина, охватывающая почти всю ампулу кругом, а затем осторожно пинцетом отламывают верхушку, придерживая другим пинцетом основание ампулы.

6. Содержимое ампулы перенести с помощью пипетки в мерную колбочку на 25 мл, наполненную до половины водой. Ампулу несколько раз промыть водой из промывалки. Каждую порцию промывной воды перенести пипеткой в ту же мерную колбочку. Промытую ампулу пинцетом перенести в фарфоровую кружку для отбросов. Раствор в мерной колбочке довести до метки водой. Перемешать раствор в колбочке путем многократного засасывания раствора в пипетку и обратного выталкивания его в колбочку шприцом. Закрывать колбочку притертой пробкой.

7. Убрать в кружку для отбросов все осколки стекла и кусочки ваты, если они оказались в процессе работы на противне. Отсоединить загрязненную пипетку от шприца. Пипетку следует брать только за верхний чистый конец. Сделать на фарфоровой кружке надпись «грязно» Йод-131 и указать ориентировочную активность отбросов.

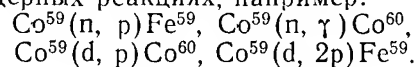
8. Приготовленный «радиоактивный» раствор сдать преподавателю (использовать для переноса дистанционный

захват). Кружку с отбросами сдать лаборанту*. Проверить чистоту рабочего места и контейнера дозиметром.

Упражнение 2

Тренировка в использовании дистанционного инструмента

Цель данного упражнения—приобрести навыки в использовании дистанционного инструмента. Для придания упражнению более конкретного характера в нем имитируется радиохимическая задача, часто встречающаяся в практике работы с радиоизотопами: очистка радиоактивного железа-59 от содержащейся в нем примеси радиоактивного кобальта-60, получающихся при ядерных реакциях, например:



Очистка может производиться многократным переосаждением железа аммиаком в виде гидроокиси в присутствии хлорида аммония**. Механизм разделения основан на разных pH осаждения гидроокисей трехвалентного железа и кобальта. $\text{Fe}(\text{OH})_3$ осаждается при pH 3—5, $\text{Co}(\text{OH})_2$ —при pH 8—9. Несмотря на то, что в процессе нейтрализации кислых растворов аммиаком происходит образование аммонийных солей, образующих буферные растворы с более высоким pH (7,3 в смеси 0,1н NH_4OH и 4н NH_4Cl), все же при этих значениях происходит выпадение в осадок только $\text{Fe}(\text{OH})_3$. Кроме этого, кобальт образует растворимые комплексные аммиакаты с аммиаком в среде аммонийных солей состава $[\text{Co}(\text{NH}_3)_4]\text{X}_2$ и $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]\text{X}$, где X—одноосновный анион.

Это упражнение выполняется с применением дистанционного инструмента, так как железо-59 и кобальт-60 обладают гамма-излучением большой энергии и предполагается, что используется большая активность порядка 5 милликюри***.

Оборудование и реактивы

1 Противень, покрытый фильтровальной бумагой; защитный экран; предохранительные коробки для колбочек, фарфоровая кружка для отбросов; штатив; шприц.

*Правила удаления отходов и дезактивация оборудования см. в инструкциях по технике безопасности. В данной работе эти операции не выполняются.

**Существуют и другие методы очистки железа от примеси кобальта.

***В действительности работа будет иметь характер «холостого» опыта без радиоактивности.

2. Водяная баня и электроплитка.
3. Дистанционный инструмент—набор.
4. Химические стаканы на 150 мл, стеклянные палочки, воронка для фильтрования, мерная колбочка на 50 мл, пипетка на 10 мл, бюретка на 20 мл.
- 5) Растворы NH_4OH (10% и 0,1н); HCl (1н), NH_4Cl (насыщенный раствор), FeCl_3 (1%).

Ход работы

Предварительные указания. Вся работа проводится с применением дистанционного инструмента (щипцов и манипуляторов). Работу следует распланировать так, чтобы все побочные операции без радиоактивности, как-то нагревание растворов и другие, проводить до начала работы с «радиоактивными» материалами. Чтобы рабочее место за защитным экраном не загружалось лишним оборудованием, операции без радиоактивности следует проводить в другом месте. Необходимо быть очень внимательным при работе с радиоактивными материалами, так как употребление дистанционных инструментов создает много трудностей, в результате чего увеличивается опасность таких аварий, как опрокидывание или битье посуды. Поэтому все колбочки и стаканчики следует поместить в предохранительные коробки из плексигласа.

1. Подготовить рабочее место за радиохимическим столом. Расставить оборудование в удобном для работы порядке, помещая за защитный экран на противень только то оборудование и посуду, в которых будут проводиться операции с радиоактивным изотопом. Укрепить пипетку в лапке штатива и подсоединить ее длинным каучуком к шприцу, закрепленному в отдельном штативе в отдалении от «активной» зоны.

2. Получить от лаборанта раствор «радиоактивного» железа в виде соединения FeCl_3 в колбочке на 25 мл и перенести его за экран.

3. В стаканчик на 150 мл налить предварительно 25 мл воды, внести в него пипеткой 10 мл «радиоактивного» раствора и нагреть на водяной бане в течение 2—3 минут. Пипетку убрать в фарфоровую кружку для отбросов.

4. В стакан с «радиоактивным» раствором добавить 20 мл горячего (80—90°) насыщенного раствора NH_4Cl , и далее добавлять по каплям из бюретки 10% раствор аммиака до появления первых хлопьев гидроокиси, растворяющихся при помешивании раствора длинной стеклянной палочкой. Само

осаждение провести 0,1 н раствором аммиака, добавляя заводный избыток его из отдельного стакана (примерно 10 мл).

5. Горячий раствор с осажденной гидроокисью железа после энергичного перемешивания палочкой оставить стоять в течение примерно 10 мин., после чего осторожно отделить маточник от осадка, сливая его в другой стаканчик. К осадку прибавить примерно 10—20 мл горячего насыщенного раствора NH_4Cl и, перемешивая, отфильтровать на бумажном фильтре (белая лента). Осадок промыть горячим (80—90°) насыщенным раствором NH_4Cl . Все фильтраты собирать в отдельный стаканчик с маточником (отделенным после декантации осадка).

6. Подставить под воронку мерную колбочку на 50 мл и растворить промытую гидроокись железа на фильтре теплым (50—60°) 1 н раствором HCl . Фильтр промывать этим же раствором кислоты до тех пор, пока объем раствора в мерной колбочке не будет доведен до метки.

7. Загрязненную «активностью» стеклянную палочку поместить в кружку для отбросов. Туда же поместить воронку с фильтром и другую грязную посуду. Приготовленный раствор очищенного «радиоактивного» железа, фарфоровую кружку с отбросами и стаканчик с «радиоактивным» фильтратом сдать лаборанту.

РАБОТА 3

Дезактивация материалов, загрязненных радиоактивными веществами

Очистка помещений, оборудования и материалов от радиоактивных загрязнений — дезактивация — это одна из важнейших операций в технике работы с радиоактивными веществами. Важность этой операции определяется двумя причинами: 1) загрязненное помещение и оборудование является источником дополнительного распространения радиоактивных загрязнений на чистое оборудование; 2) работа в загрязненном помещении и применение загрязненного оборудования могут привести к существенному искажению результатов радиометрических измерений, что недопустимо.

Радиоактивные загрязнения необходимо устранять в кратчайшие сроки.

Теоретической основой методов дезактивации материалов, загрязненных радиоактивными веществами, является физико-химия поверхностных явлений. Можно условно указать два типа радиоактивных загрязнений материалов: 1) остатки радиоактивных веществ в виде отдельных фаз — пыль, порошки, капли жидкости и остатки реактивов после испарения растворителей; 2) сорбционное загрязнение материалов — радиоактивный изотоп входит в состав твердой фазы очищаемого материала.

Необходимо всегда иметь в виду, что при соприкосновении двух фаз на границе их раздела происходит сорбционное взаимодействие. Поэтому даже после удаления с поверхности материала основной массы радиоактивного загрязнения в виде отдельной фазы, на поверхности всегда остаются некоторые количества радиоактивных загрязнений в виде сорбционно связанных веществ (молекул, атомов, ионов). В соответствии с этим дезактивацию материалов приходится часто про-

изводить в две стадии: сперва удаляется основная масса радиоактивного загрязнения в виде отдельной фазы, а затем производят десорбцию радиоактивного вещества, связанного с поверхностью материала по типу сорбционного взаимодействия.

Удаление с очищаемых материалов радиоактивных загрязнений в виде твердых и жидких фаз производят следующими способами:

1) Механическая обработка поверхности материала (промыывание, обтирание, обработка с помощью пылесоса, очистка щетками, скребками и т. д.).

2) Обработка поверхности материала поверхностно-активными моющими средствами ослабляющими адсорбционное взаимодействие (прилипание, смачивание) соприкасающихся фаз и этим самым облегчающими удаление радиоактивных загрязнений.

3) Промывание поверхности материала растворителями, хорошо растворяющими радиоактивные загрязнения.

Удаление радиоактивных загрязнений, находящихся в составе очищаемого материала в сорбированном состоянии, производят следующими способами:

1) Промывание поверхности десорбирующими растворителями и растворами молекулярных вытеснителей (при молекулярной адсорбции).

2) Промывание поверхности ионообменными вытеснителями (при ионообменной сорбции).

3) Обработка поверхности материала химическими реагентами, растворяющими поверхностный слой материала или образующими легко растворимые соединения с сорбированными радиоактивными изотопами.

4) Механическое удаление поверхностных слоев очищаемого материала (как крайняя мера).

При дезактивации материалов часто используют явление изотопного обмена. Десорбция радиоактивных изотопов происходит при этом благодаря изотопному вытеснению радиоактивного изотопа стабильным изотопом этого же химического элемента.

Основные методы дезактивации оборудования, материалов, средств индивидуальной защиты, а также правила мытья рук и тела человека в случае их радиоактивного загрязнения подробно рассмотрены в книге Б. М. Злобинского «Безопасность работ с радиоактивными веществами». М., 1958.

Данная работа состоит из нескольких частей. Сначала бу-

дет произведено изучение дезактивирующей способности различных моющих средств по отношению к различным материалам и различным радиоактивным изотопам (упражнения 1 и 2). Эта часть работы будет выполняться в радиохимической комнате. Работа завершается ознакомлением с работой в моечной комнате (упражнение 3).

Оборудование и реактивы

1. Противень, покрытый фильтровальной бумагой; защитный экран, фарфоровая кружка для отбросов, штатив, шприц, пинцет.

2. Стекланные, алюминиевые, плексигласовые пластинки размером $3,5 \times 2,5$ см².

3. Химические стаканы емкостью 100—150 мл, микропипетка, чашка Петри с крышкой.

4. Счетная установка Б-2 и дозиметр ТИСС.

5. Раствор Na_2HPO_4 , меченного изотопом фосфора-32.

6. Раствор Fe^*Cl_3 , меченного изотопом железа-59.

7. Растворы Na_2HPO_4 (10%), лимонной кислоты (10%), азотной кислоты (10%), хлорного железа (1%).

Спецодежда. Упражнения 1 и 2 выполняются в халате, шапочке и хирургических перчатках; при выполнении упражнения 3 надевается дополнительная спецодежда — фартук и нарукавники.

Упражнение I

Определение качества дезактивации различных материалов, загрязненных фосфором-32

Ход работы:

1. Взять три пластинки из стекла, алюминия и плексигласа и нанести на каждую по 0,2 мл раствора меченого фосфата. Указание: подобрать такую удельную активность раствора, чтобы 0,2 мл раствора имела активность около 3000 имп/мин на самой нижней позиции под торцовым счетчиком. Если в процессе дезактивации активность пластинок сильно снизится, то следует производить дальнейшие измерения на позициях, более близких к окну счетчика. Каждое измерение на счетчике производить в течение 1 минуты.

2. Высушить нанесенные на пластинки растворы под

инфракрасной лампой и измерить активность остатков счетчиком.

3. Смыть радиоактивные остатки в токе горячей воды, высушить пластинки и вновь измерить их активность.

4. Опустить пластинки в стакан с раствором фосфата натрия и помешивая раствор или перемещая пластинки, выдерживать их в растворе в течение 10—15 мин. После этого промыть пластинки горячей водой, высушить их и вновь измерить активность.

Результаты опыта записать в таблицу 1 и сравнить остаточные после дезактивации активности пластинок.

Таблица 1

**Результаты дезактивации различных материалов,
загрязненных фосфором-32**

Дата		Фон						
Материал пластинки	До очистки		После промывания горячей водой			После дезактивации раствором фосфата натрия		
	показания счетчика	активность в имп/мин	показания счетчика	активность в имп/мин	% оста- точной активности	показания счетчика	активность в имп/мин	% оста- точной активности
Стекло								
Плексиглас								
Алюминий								

Упражнение 2

Определение качества дезактивации стекла в зависимости от моющих средств

Настоящее упражнение состоит из двух вариантов: 1) стеклянная пластинка загрязняется раствором меченого аниона (меченный фосфором-32 фосфат-анион), 2) стеклянная пластинка загрязняется раствором меченого катиона железа (меченного железом-59).

Выполнение работы:

1. Взять три стеклянные пластинки и нанести на них по

0,2 мл раствора радиоактивного фосфата ($\text{NaH}_2\text{P}^*\text{O}_4$). Во втором варианте опыта нанести на три стеклянных пластинки по 0,2 мл раствора радиоактивного хлорного железа (Fe^*Cl_3). См. указание в п. 1 упражнения I.

2. Высушить нанесенные растворы под инфракрасной лампой и измерить активность остатков счетчиком.

3. Пластинки, загрязненные фосфором-32, поместить отдельно в стаканы с растворами фосфата натрия (изотопный вытеснитель), лимонной кислоты и азотной кислоты. Аналогично этому, пластинки, загрязненные железом-59, поместить отдельно в стаканы с растворами хлорного железа (изотопный вытеснитель), лимонной кислоты и азотной кислоты. Время дезактивации—10—15 мин. Затем промыть пластинки горячей водой, высушить их и измерить активность счетчиком.

Пластинки после проведения опытов помещать в фарфоровую кружку для отбросов.

Результаты опыта записать в таблицу 2 и, сравнивая остаточные активности различных пластинок, установить относительную дезактивирующую способность различных моющих средств.

Таблица 2

Результаты дезактивации загрязненного стекла различными моющими средствами.

Дата		Фон			
Изотоп, загрязняющий стекло	До очистки		Изотопный вытеснитель		
	показания счетчика	активность в имп/мин	показания счетчика	активность в имп/мин	% оста- точной активности
Фосфор-32					
Железо-59					

Изотоп, загрязняющий стекло	Лимонная кислота			Азотная кислота		
	показания счетчика	активность в имп/мин	% оста- точной активности	показания счетчика	активность в имп/мин	% оста- точной активности
Фосфор-32						
Железо-59						

Упражнение 3

Работа в моечной комнате

1. Надеть дополнительную спецодежду—фартук и нарукавники.
2. Всю загрязненную посуду (форфоровая кружка с пластинками, микропипетка, стаканы с растворами) поместить на противень, и все это перенести в моечную комнату.
3. Ознакомиться с оборудованием моечной комнаты.
4. Заполнить моечную ванну водой, вылить в нее радиоактивные растворы из стаканов, спустить воду из ванны в канализацию. Спуск воды произвести при открытом водопроводном кране.
5. Произвести дезактивацию загрязненных пластинок и посуды.
6. Чистоту объектов дезактивации проверить дозиметром ТИСС.

Приложение

Электроприбор для вскрытия ампул

Схема прибора показана на рис. 15.

Электроприбор для вскрытия ампул состоит из понижаю-

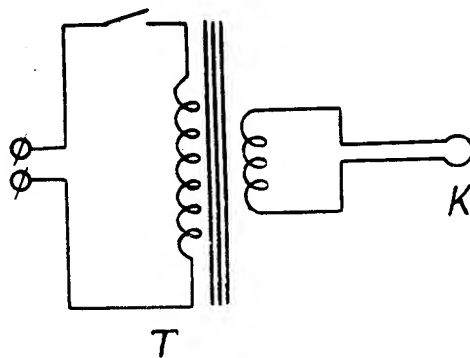


Рис. 15. Схема электроприбора для вскрытия ампул:
Т—понижающий трансформатор, К—кольцо нагрева
из нихромовой проволоки.

щего трансформатора и кольца (диаметр 1—1,5 см) из нихромовой проволоки (диаметр 1 мм). На кольцо подается от понижающего трансформатора напряжение 4—5 в при токе 4—5 а.

ЛИТЕРАТУРА

1. Ан. Н. Несмеянов, В. Н. Баранов, К. Б. Заборенко, И. П. Руденко, Ю. А. Приселков. Практическое руководство по радиохимии. М., Госхимиздат, 1956.
2. Б. М. Злобинский. Безопасность работ с радиоактивными веществами, М., 1958.
3. П. Жено. Защита от радиоактивных элементов. ИЛ, М., 1954.
4. Меры защиты работающих с радиоактивными веществами. Медгиз. М., 1958 (сборник санитарных норм и правил).
5. Дезактивация (удаление радиоактивных загрязнений). Институт научной информации АН СССР. М., 1955.
6. В. П. Гранильщиков и Г. М. Пархоменко. Санитарно-гигиенические и санитарно-технические требования к планировке и оборудованию лабораторий, применяющих радиоактивные вещества. Медицинская радиология, № 3, 1956.

СОДЕРЖАНИЕ

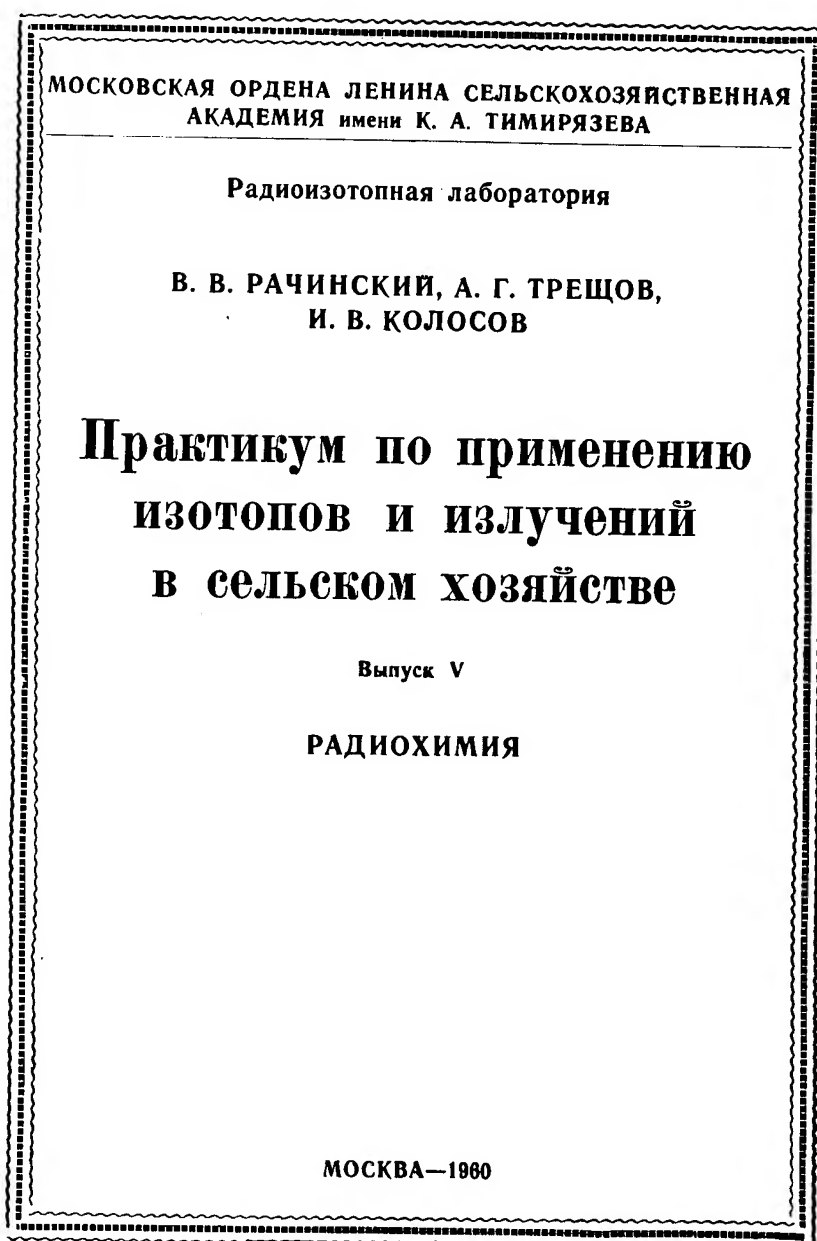
Работа 1. Практическое ознакомление со средствами индивидуальной защиты, защитным оборудованием и приспособлениями, применяющимися при работе с радиоактивными веществами	5
Работа 2. Тренировка в использовании защитного оборудования и приспособлений для работы с радиоактивными веществами	24
Работа 3. Дезактивация материалов, загрязненных радиоактивными веществами	30

Цена 1 р. 37 к. Цена 15 коп.

Л 36182 6/Х—59 г. Объем 2 1/4 в. л. Тип. ТСХА. Зак. 1254. Тир. 2000

Sanitized Copy Approved for Release 2011/01/24 : CIA-RDP80T00246A057500110001-1

1 p. 25 к.



МОСКОВСКАЯ ОРДЕНА ЛЕНИНА СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННАЯ
АКАДЕМИЯ имени К. А. ТИМИРЯЗЕВА

Радиоизотопная лаборатория

В. В. Рачинский, А. Г. Трещов, И. В. Колосов

Практикум по применению изотопов и излучений в сельском хозяйстве

Выпуск V

РАДИОХИМИЯ

*Под общей редакцией доктора химических наук
В. В. РАЧИНСКОГО*

МОСКВА—1950

ПРЕДИСЛОВИЕ

Основная цель практикума по радиохимии заключается в том, чтобы обучающиеся получили первичные навыки препаративной и аналитической работы с использованием радиоактивных веществ в открытом виде.

Практикум начинается с работы по приготовлению раствора с заданной удельной активностью и концентрацией меченого элемента. В этой работе обучающиеся осуществляют первый шаг в практическом овладении методом радиоактивных индикаторов.

При использовании радиоактивных изотопов в качестве индикаторов одно из главных условий состоит в том, чтобы применяемый радиоактивный препарат был химически и радиохимически чистым. Поэтому необходимо практически познакомиться с основными методами определения радиохимической чистоты радиоактивных препаратов. Этому вопросу посвящена вторая работа практикума.

Одним из новых методов радиохимии и биологии является радиохроматографический метод. Этому методу уделено должное внимание в нашем практикуме. Первое знакомство с радиохроматографическим методом обучающиеся получают на примере применения его в определении радиохимической чистоты радиоактивных препаратов.

Две следующие работы данного практикума — метод изотопного разведения и метод радиометрического титрования — знакомят обучающихся с двумя важными радиохимическими методами количественного анализа, применяющимися в химии и биологии.

Последняя, пятая работа практикума посвящена изучению реакций изотопного обмена. Вопрос о реакциях изотопного обмена имеет большое значение при использовании метода меченых атомов в биологии. Реакции изотопного обмена сопровождают процессы переноса и распределения веществ в живых организмах, в почвах и других системах. Для правильной интерпретации экспериментальных результатов, по-

лученных с помощью метода меченых атомов при изучении химического пути веществ, нужно выяснить, какие соединения и в какой степени участвуют в реакциях изотопного обмена. В биохимии для изучения реакций изотопного обмена часто применяют метод *in vitro**.

Практикум по радиохимии завершает серию лабораторных работ по общей части курса, после чего обучающиеся приступают к выполнению практических работ по специальной части курса.

Все дальнейшие работы должны выполняться при строгом и безусловном выполнении правил техники безопасности работы с радиоактивными веществами.

* *in vitro* проведение процесса вне живого организма.

РАБОТА № 1

ПРИГОТОВЛЕНИЕ РАСТВОРА С ЗАДАННОЙ УДЕЛЬНОЙ АКТИВНОСТЬЮ И КОНЦЕНТРАЦИЕЙ МЕЧЕНОГО ЭЛЕМЕНТА

Введение

Работа по применению радиоактивных изотопов в качестве меченых атомов (радиоактивных индикаторов) начинается, как правило, с приготовления раствора с заданной удельной активностью и концентрацией меченого элемента. Поэтому практикум по радиохимии мы начинаем именно с этой конкретной задачи.

Напомним некоторые основные понятия, которые необходимо знать для выполнения данной работы и других работ практикума.

Радиоактивность — свойство неустойчивых атомных ядер самопроизвольно превращаться с испусканием при этом ядерных излучений.

Активность радиоактивного изотопа — величина, измеряемая числом радиоактивных распадов в единицу времени.

Согласно закону радиоактивного распада активность пропорциональна количеству радиоактивных ядер:

$$A = \lambda N, \quad (1)$$

где λ — постоянная распада, N — число радиоактивных ядер в данный момент времени.

Отсюда следует, что величина активности радиоактивного изотопа может служить мерой количества радиоактивного изотопа:

$$N = A/\lambda \quad (2)$$

Так как вес одного атома изотопа равен $\mu/6,02 \cdot 10^{23}$, где μ — грамм-атом данного изотопа, $6,02 \cdot 10^{23}$ — число Авогадро

(число атомов в грамм-атоме), то вес N радиоактивных атомов будет:

$$P = N\mu/6,02 \cdot 10^{23} \quad (3)$$

Подставляя (2) в (3), получим:

$$P = \frac{A}{\lambda} \cdot \frac{\mu}{6,02 \cdot 10^{23}} \quad (4)$$

Постоянная распада λ связана с периодом полураспада $T_{1/2}$ соотношением:

$$\lambda = \frac{0,693}{T_{1/2}} \quad (5)$$

Поэтому формулу (4) можно написать в другом виде:

$$P = A\mu T_{1/2}/4,17 \cdot 10^{23} \quad (6)$$

Международная единица активности — 1 кюри (К) = $3,7 \cdot 10^{10}$ распадов в секунду.

Активность радиоактивных изотопов может измеряться также и в условных единицах, выбор которых зависит от применяемой радиометрической аппаратуры. Например, при измерении активности с помощью счетчиков частиц удобно активность измерять числом импульсов в единицу времени (скорость счета).

Удельная активность радиоактивного изотопа — активность радиоактивного изотопа, отнесенная к единице его веса:

$$a = \frac{A}{P} \quad (7)$$

Из формулы (6) следует:

$$a = 4,17 \cdot 10^{23} / \mu T_{1/2} \frac{\text{расп.}}{\text{сек} \cdot \text{г}} = 1,13 \cdot 10^{13} / \mu T_{1/2} \frac{\text{кюри}}{\text{г}} \quad (8)$$

Из (8) видно, что удельная активность радиоактивного изотопа не зависит от количества радиоактивного изотопа, а определяется исключительно его атомным весом и периодом полураспада.

Удельная активность радиоактивного вещества — активность радиоактивного изотопа, отнесенная к единице веса данного вещества, в составе которого находит-

ся данный изотоп; измеряется обычно в единицах активности на 1 г радиоактивного вещества.

Удельная активность раствора — активность радиоактивного изотопа, отнесенная к единице объема раствора, содержащего радиоактивный изотоп; измеряется обычно в единицах активности на 1 мл раствора.

При растворении радиоактивного вещества или разбавлении радиоактивного раствора, вследствие постоянства общей активности и массы радиоактивного изотопа, его удельная активность (а также удельная активность радиоактивного вещества) не изменяется. Величина же удельной активности раствора при разбавлении изменяется.

Изотопом-индикатором (меткой) называется такой изотоп, который, будучи введенным в состав данного вещества, участвует в различных процессах тождественно или подобно данному веществу, и перенос которого можно экспериментально контролировать.

В качестве изотопов-индикаторов могут использоваться стабильные и радиоактивные изотопы. В соответствии с этим различают стабильные и радиоактивные индикаторы.

Если в состав химического элемента или его соединения введен в качестве индикатора изотоп того же химического элемента, то такой индикатор называется изотопным индикатором.

Если в состав химического элемента или его соединения введен в качестве индикатора изотоп другого химического элемента, то такой индикатор называется не изотопным индикатором.

Носителем данного радиоактивного изотопа называют макрокомпонент, вводимый в исследуемую систему, за которым следует радиоактивный изотоп — микрокомпонент.

Носителем данного радиоактивного изотопа может быть любой изотоп (или смесь изотопов) того же химического элемента, к которому принадлежит радиоактивный изотоп. В этом случае такой носитель называют изотопным носителем. В качестве изотопного носителя, как правило, берется природный химический элемент с его естественным составом изотопов.

Носителем данного радиоактивного изотопа может быть любой химический аналог или любое вещество, которое

переносится совместно с данным радиоактивным изотопом. В этом случае такой носитель называют неизотопным носителем.

Метод меченых атомов — экспериментальный метод исследования процессов переноса и превращений веществ, основанный на применении изотопов в качестве индикаторов.

Меченое вещество — вещество, в состав которого входит соответственно подобранный изотоп — индикатор.

Применяя изотопы в качестве индикаторов, можно получить меченые химические элементы и их соединения, меченые газы, жидкости, твердые тела и даже меченые организмы.

Удельная активность меченого вещества — активность радиоактивного изотопа-индикатора, отнесенная к единице веса меченого вещества.

Частным случаем меченого вещества является меченый химический элемент. В дальнейшем меченый элемент будем обозначать символом X^* , где X — символ химического элемента.

Постановка задачи

Поставим в качестве примера следующую конкретную задачу: приготовить радиоактивный раствор $\text{KN}_2\text{P}^*\text{O}_4$ с удельной активностью меченого фосфора 1 мкК/мг P^* и концентрацией 10 мг P^* /мл в объеме 50 мл.

Из заданных условий следует, что удельная активность раствора должна быть равна 10 мкК/мл.

Для выполнения этой задачи необходимо иметь препарат радиоактивного изотопа фосфора-32. Каждый препарат, поступающий в лабораторию, сопровождается паспортом, в котором дана характеристика радиоактивного препарата. В качестве примера в таблице 1 приведен образец паспорта на препарат фосфора-32. Предположим, что для выполнения работы нам предстоит использовать этот препарат. Пусть данная работа выполняется в тот же день, который указан в паспорте и, следовательно, поправку на радиоактивный распад изотопа вводить не нужно. Если же дата, на которую произведен расчет активности поставщиком отлична от даты работы, то необходимо вычислить активность препарата на дату работы, введя поправку на радиоактивный распад.

Паспорт № 1001

Таблица 1

на соединение (препарат): однозамещенный фосфат калия с радиоактивным изотопом фосфор-32, стандартная фасовка (номинал): 10 милликюри.

Вес или объем: — г, 2 мл, количество фасовок: 1 шт.

Общая активность по номиналу: 10 милликюри.

ВТУ ГАТУ 150—57 квалификация «ч», сорт 1.

№№ партии 700/20 от 5/1 1958

№№	Характеристика препарата или соединения		Примечание
	наименование показателей	Установлено анализом	
1	Внешний вид	Прозрачный бесцветный водный раствор	Активность дана на 12 час. для
2	Удельная активность на 10/I—58 в милликюри на г или мл	5 милликюри/мл	
3	Содержание основного вещества—фосфора	5 мг/мл	
4	Другие показатели	pH 5 не содержит анионов: NO ₂ ', NO ₃ ', PO ₂ ''', PO ₃ '''	

Препарат зафасован в стеклянную ампулу и помещен в контейнер типа АК.

№ контейнера X-2001.

Контейнер опломбирован пломбой с оттиском Р/20.

Паспорт составлен (подпись)

Проверено ОТК (подпись)

5/1 1958.

Обозначим радиоактивный раствор, содержащийся в ампуле, раствором А. Обычно после получения радиоактивного препарата содержимое ампулы переводят в мерную колбочку. Перенос радиоактивного препарата из ампулы в новую тару должен быть выполнен тщательно и без потерь. Пусть радиоактивный раствор А из ампулы перенесен в мерную колбочку на 25 мл и доведен водой до метки. Общая активность фосфора-32 в новой таре остается прежней, но

удельная активность раствора и концентрация фосфора в нем изменяется.

Обозначим радиоактивный раствор, полученный после проведенного разбавления, раствором Б.

Рассчитаем удельную активность и концентрацию фосфора в этом растворе. Общая активность препарата фосфора-32 согласно паспорту равна 10 мК или 10000 мкК. Так как фосфор-32 находится теперь в растворе объемом 25 мл, то удельная активность раствора будет равна $10000/25 = 400$ мкК/мл. Общее содержание фосфора в растворе Б согласно паспортным данным, должно быть равно $5 \text{ мг Р}^*/\text{мл} \times 2 \text{ мл} = 10 \text{ мг Р}^*$. Поэтому концентрация фосфора в растворе Б будет равна $10 \text{ мг Р}^* : 25 \text{ мл} = 0,4 \text{ мг Р}^*/\text{мл}$.

Итак, в качестве исходного раствора, который должен быть использован для выполнения работы, мы имеем раствор Б, имеющий удельную активность 400 мкК/мл и концентрацию фосфора 0,4 мг Р*/мл.

Предварительные расчеты

Так как нам нужно приготовить 50 мл раствора $\text{KN}_2\text{P}^*\text{O}_4$ с концентрацией меченого фосфора 10 мг Р*/мл, то в мерной колбочке на 50 мл будет: $10 \text{ мг Р}^*/\text{мл} \times 50 \text{ мл} = 500 \text{ мг Р}^*$. Чтобы получить меченый фосфор с заданной удельной активностью 1 мкК/мг Р*, в эту же колбочку, очевидно, нужно внести $500 \text{ мг Р}^* \times 1 \text{ мкК/мг Р}^* = 500 \text{ мкК}$ фосфора-32.

Исходный радиоактивный раствор Б имеет удельную активность 400 мкК/мл и концентрацию фосфора 0,4 мг Р*/мл. Поэтому требуемая активность фосфора-32 500 мкК будет содержаться в $500 \text{ мкК} : 400 \text{ мкК/мл} = 1,25 \text{ мл}$ раствора Б. Если в колбочку на 50 мл мы внесем 1,25 мл радиоактивного раствора, то вместе с этой порцией раствора мы внесем $0,4 \text{ мг Р}^*/\text{мл} \times 1,25 \text{ мл} = 0,5 \text{ мг Р}^*$. Это количество фосфора, вносимого вместе с радиоактивным раствором, очень мало, и им можно пренебречь. Тогда для получения раствора с заданной удельной активностью 1 мкК/мг Р* в колбочку на 50 мл нужно внести 500 мг фосфора-носителя. Это количество фосфора будет содержаться в $136,09 \cdot 0,5/30,975 = 2,2129 \text{ г}$ соли KN_2PO_4 (мол. вес — 136,09, ат. вес фосфора — 30,975).

Итак, если в колбочку на 50 мл мы внесем 1,25 мл радиоактивного раствора Б, 2,2129 г соли KN_2PO_4 и все содержимое разбавим водой, доведя объем раствора до

Таблица 2

Приготовление радиоактивных растворов $\text{KN}_2\text{P}\cdot\text{O}_4$

Обозначение раствора	Общая активность в мкК	Объем раствора в мл	Удельная активность в мкК/мл	Удельная активность меченого фосфора мкК/мг P*	Общее содержание фосфора в мг	Концентрация фосфора в растворе мг P*/мл	Способ приготовления
Раствор А (в ампуле)	10000	2	5000	1000	10	5	Получен от поставщика изотопов
Раствор Б	10000	25	400	1000	10	0.4	Весь раствор А разбавлен в 25 мл воды
Раствор В	500	50	10	1	500	10	В 50 мл воды растворено 1,25 мл раствора Б и 2,2129 г $\text{KN}_2\text{P}\cdot\text{O}_4$ (носитель)

метки, то мы получим раствор требуемой удельной активности и концентрации меченого фосфора. Обозначим приготовленный раствор буквой В. Для наглядности в таблице 2 дана характеристика растворов А, Б, и В.

*Определение удельной активности меченого фосфора
счетчиком частиц*

При проведении экспериментов с применением метода меченых атомов, как правило, измерения активности производят в условных единицах, принятых при выбранном методе измерений активности, например, в имп/мин при измерениях счетчиком частиц. Знание же активности меченого элемента в абсолютных единицах кюри необходимо для того, чтобы рассчитать нужные разбавления исходного радиоактивного препарата, а в биологических экспериментах знать уровень активности меченого элемента, вводимого в живой организм с точки зрения радиационной дозировки, и для других целей.

Теперь для приготовленного раствора В определим удельную активность меченого фосфора в имп/мин·мгР*.

Для этого сначала определим удельную активность раствора Б в имп/мин·мл., например, следующим способом.

Из раствора Б нужно взять пробу объемом 0,2 мл, нанести ее на дно алюминиевой чашечки и высушить в термостате или под инфракрасной лампой. Активность полученного препарата измеряется счетчиком в заранее выбранных стандартных условиях. Рекомендуется устанавливать такие стандартные условия измерений на счетчике, при которых, с одной стороны, использовалась бы по возможности максимальная эффективность счета и, с другой стороны, скорость счета не превышала бы 3000 имп/мин, так как при этом можно пренебречь просчетами счетчика. Однако при измерении активности препарата в условиях использования высокой эффективности счета может оказаться, что скорость счета будет превышать 3000 имп/мин. В таком случае необходимо произвести соответствующее разбавление исследуемого раствора с тем, чтобы проба 0,2 мл радиоактивного раствора при измерении ее активности давала скорость счета не более 3000 имп/мин. Зная удельную активность исследуемого раствора в мкК/мл и эффективность счета при данных стандартных условиях измерения активности препаратов, можно предварительно рассчитать требуемую степень разбавления.

Пусть измерения активности производятся с помощью

счетчика Т-25-БФЛ и эффективность счета при выбранных стандартных условиях равна 0,07.

Рассчитаем, какая должна быть удельная активность разбавленного раствора, чтобы проба 0,2 мл этого раствора давала скорость счета, например, 2000 имп/мин. Искомая удельная активность разбавленного раствора, взятого для измерения, должна быть равна $2000/0,07 \cdot 2,22 \cdot 10^6 \cdot 0,2 = 0,064$ мкК/мл.

Удельная активность исходного раствора Б равна 400 мкК/мл. Поэтому степень разбавления раствора для получения препарата, дающего скорость счета около 2000 имп/мин, должна быть равна $400 \text{ мкК/мл} : 0,064 \text{ мкК/мл} = 6250$ раз.

Такое разбавление можно осуществить рядом последовательных разбавлений. Например, взять 0,1 мл исходного раствора Б и перенести в мерную колбочку на 25 мл. Получится разбавление в 250 раз. Если из раствора этой колбочки взять 1 мл и разбавить снова в 25 мл, то мы получим необходимое разбавление $250 \times 25 = 6250$ раз.

Получив такой разбавленный радиоактивный раствор, нужно затем взять из него пробу 0,2 мл и измерить ее активность.

Измерение активности этой пробы, с одной стороны, даст нам возможность рассчитать удельную активность исходного раствора Б в имп/мин·мл и, с другой стороны, оно будет являться контролем правильности паспортных данных.

В самом деле, при заданной эффективности счета, равной 0,07, активность пробы 0,2 мл раствора Б, как это следует из вышеприведенного расчета, должна быть равна в пределах ошибок измерений 2000 имп/мин. Если при измерении получится активность, сильно отличающаяся от этой величины, то это будет служить указанием на ошибочность паспортных данных.

Пусть результаты измерений показали правильность паспортных данных, и активность пробы 0,2 мл разбавленного раствора действительно оказалась равной 2000 имп/мин. Тогда удельная активность исходного раствора Б будет равна $2000 \cdot 6250/0,2 = 6,25 \cdot 10^7$ имп/мин·мл.

Установим для заданной эффективности счета соответствие между единицами мкК и условными единицами имп/мин. Имеем: $1 \text{ мкК} = 6,25 \cdot 10^7/400 = 156\,250$ имп/мин.

Вернемся к характеристике приготовленного раствора В с заданной удельной активностью меченого фосфора. Удельная активность меченого фосфора в этом растворе равна 1 мкК/мгР^* и удельная активность раствора 10 мкК/мл .

Переходя к измерениям активности меченого фосфора в имп/мин, получим величину удельной активности меченого фосфора для приготовленного раствора В, равную $156\,250 \text{ имп/мин}\cdot\text{мгР}^*$, и удельную активность раствора, равную $10 \times 156\,250 = 1\,562\,500 \text{ имп/мин}\cdot\text{мл}$.

Величина удельной активности меченого элемента в $\text{имп/мин}\cdot\text{мгХ}^*$ является в методе меченых атомов важной и совершенно необходимой величиной для того, чтобы при обработке экспериментальных данных можно было осуществлять обратный переход от имп/мин к мг меченого элемента.

Здесь рассматривался случай, когда исходный препарат радиоактивного изотопа имел паспортные данные. Но на практике могут быть случаи, когда препарат не имеет таких данных. В таких случаях нужно определить активность препарата, пользуясь методом абсолютных измерений активности (см. практикум по радиометрии). Необходимо также провести количественный химический анализ препарата для определения в нем концентрации данного химического элемента-носителя.

В данной работе вскрытие и разгрузка ампулы с радиоактивным препаратом производиться не будет. Однако будет дан паспорт на препарат фосфора-32 (или другой изотоп) и будет указано, в каком объеме воды растворен этот препарат. Перед выполнением работы нужно подготовить рабочее место за радиохимическим столом (см. практикум по технике защиты).

Оборудование и реактивы

1. Противень, покрытый фильтровальной бумагой; защитный экран из плексигласа; фарфоровая кружка для отходов.
2. Мерные колбочки на 25 мл в плексигласовых предохранительных коробках.
3. Микропипетка на $0,2 \text{ мл}$ со шприцем.
4. Пинцет.
5. Алюминиевые чашечки для выпаривания проб радиоактивных растворов.

6. Чашка Петри для переноски радиоактивных препаратов.
7. Инфракрасная лампа.
8. Подложка из плексигласа.
9. Счетная установка Б-2.
10. Препарат фосфора-32 или другого изотопа с паспортом (получить у преподавателя или лаборанта).
11. Реактив: соль KH_2PO_4 .

Выполнение работы

1. Подготовить для записи результатов работы таблицу 3.
2. Получить от преподавателя задание на приготовление раствора с заданной удельной активностью и концентрацией меченого элемента.
3. Получить от преподавателя (или лаборанта) мерную колбочку с разбавленным раствором нужного радиоактивного препарата (раствор Б) и паспорт на этот препарат.
4. Ознакомьтесь с паспортом радиоактивного препарата (раствор А), вычислите удельную активность раствора Б на день работы и концентрацию меченого элемента в нем.
5. Рассчитать, какое нужно сделать разбавление раствора Б, чтобы активность пробы 0,2 мл составила примерно 2000 имп/мин в избранных стандартных условиях измерения. Приготовить раствор в соответствии с рассчитанным разбавлением раствора Б.
6. Готовят пять одинаковых препаратов для измерения активности раствора. Для этого микропипеткой наносят в алюминиевые чашечки пробы по 0,2 мл раствора. Пробы высушивают под инфракрасной лампой, и измеряют активность полученных препаратов. Вычисляют среднее арифметическое от измерений активности отдельных препаратов, среднюю квадратичную ошибку результата и среднюю относительную квадратичную ошибку результата.
- Сопоставляя полученный результат измерений с ожидаемым (2000 имп/мин), проверить правильность паспортных данных.
7. Рассчитать, какой объем раствора Б нужно взять для получения раствора Б с заданной удельной активностью и каково количество (мг) элемента Х будет в этом объеме. Рассчитать также количество носителя, которое требуется для приготовления раствора с заданной концентрацией меченого элемента.

8. Используя результат измерения активности, выразить удельную активность меченого элемента в растворе В в $\text{имп/мин} \cdot \text{мг} \cdot \text{X}^*$, а удельную активность раствора В в $\text{имп/мин} \cdot \text{мл}$.

9. Приготовить 5 проб раствора В (контрольное измерение); измерить их активность; вычислить среднее арифметическое от измерений активности отдельных препаратов, среднюю квадратичную ошибку результата и среднюю относительную квадратичную ошибку результата.

10. Результаты всех расчетов и измерений записать в таблицу 3, которую дают на проверку преподавателю.

11. Уборку рабочего места производят согласно правил, рассмотренным в практикуме по технике защиты (выпуск IV).

Таблица 3

Форма записи результатов работы

Задание

Приготовить раствор с удельной активностью меченого элемента X^* мкК/мгX^* и концентрацией элемента $\text{мгX}^*/\text{мл}$ в объеме мл. Химическое соединение, содержащее меченный элемент X^* :

Паспортные данные для раствора А

Наименование изотопа-индикатора:
Объем раствора в ампуле: мл
Общая активность раствора: мК
Удельная активность раствора: мК/мл
Дата измерения активности препарата:
Концентрация химического элемента X в растворе: . . . мг/мл

Характеристика раствора Б

Дата работы:
Раствор А разбавлен в мл
Удельная активность раствора Б на день работы: . . . мкК/мл
Концентрация химического элемента X в растворе Б: . . . мг/мл

Измерение активности растворов Б и В

Дата измерения:
Тип установки: № установки:

№ препа- рата	Объем пробы в мл	Время из- мерения t мин.	Показа- ния счетчика a (b)	Число зарегн- стр. им- пульсов $p = ak + b$	Скорость счета $N = p/t$ имп/мин	Активность пробы $N_{пр} = \frac{N \Phi}{\text{имп/мин}}$	Расчет ошибок*	
							σ_1	σ_2
						$\bar{N}_{пр} = \dots$		$\sigma_p = \dots$

$N_{\text{пр}}$ для раствора Б = \pm
 $N_{\text{пр}}$ для раствора В = \pm

Средняя относительная квадратичная ошибка результата
 для раствора Б $\delta_{\sigma_p} = \dots \%$
 для раствора В $\delta_{\sigma_p} = \dots \%$

Удельная активность раствора Б имп/мин·мл.
 Переход от измерения активности в мкК к измерению в
 имп/мин: 1 мкК изотопа $X_z^m =$ имп/мин.
 Удельная активность заданного раствора В: мкК/мл.
 Для получения заданного раствора В взять из раствора Б
 порцию: мл.
 Активность этой порции: мкК.

17

Содержание элемента X в этой порции: мгX.
Требуемое количество элемента-носителя для приготовления заданного раствора В: мгX.
Требуемое количество химического соединения, в состав которого должен входить X*: мг.
Удельная активность меченого элемента в растворе В: имп/мин·мг X*.
Удельная активность заданного раствора В: имп/мин·мл.

ЛИТЕРАТУРА

1. В. И. Спицын, П. Н. Кодочигов, М. М. Голутвина, А. Ф. Кузина, З. А. Соколова. Методы работы с применением радиоактивных индикаторов. Изд. АН СССР, М. 1955.
2. Ан, Н. Несмеянов, В. И. Баранов, К. Б. Заборенко, Н. П. Руденко, Ю. А. Приселков. Практическое руководство по радиохимии. Госхимиздат, М. 1956.
3. Сборник практических работ по радиохимии. Изд. ЛГУ, 1956.
4. А. И. Бродский. Химия изотопов. Изд. АН СССР, 1957.
5. Использование радиоактивности при химических исследованиях. ИИЛ, М., 1954.
6. Краткая энциклопедия «Атомная энергия». Гос. научн. изд. «Большая советская энциклопедия», М., 1958.
7. А. О. Фурман.—Практикум по применению изотопов и излучений в сельском хозяйстве. Выпуски I, II и III. Изд. ТСХА, 1959, 1960.
8. В. В. Рачинский, А. Г. Трещов, И. В. Колосов, Т. П. Шитт. Практикум по применению изотопов и излучений в сельском хозяйстве. Выпуск IV. Изд. ТСХА, 1959.
9. И. Е. Старик. Основы радиохимии. Изд. АН СССР, 1959.

РАБОТА № 2

ОПРЕДЕЛЕНИЕ РАДИОХИМИЧЕСКОЙ ЧИСТОТЫ РАДИОАКТИВНЫХ ПРЕПАРАТОВ

Введение

Следует различать два вида чистоты радиоактивных препаратов: химическая и радиохимическая чистота.

Для характеристики химической чистоты радиоактивных изотопов используются общепринятые критерии чистоты химических соединений. Поэтому остановимся на понятии радиохимической чистоты.

Радиоактивный изотоп является радиохимически чистым, если он не содержит примесей других радиоактивных изотопов.

В некоторых случаях в экспериментальной работе могут использоваться радиоактивные препараты, состоящие из смеси радиоактивных изотопов данного химического элемента или из смеси радиоактивных изомеров. Такие препараты будут являться радиохимически чистыми, если они не содержат примесей радиоактивных изотопов других химических элементов.

Перечислим кратко основные источники загрязнений радиоактивных препаратов.

Одним из основных источников химической и радиохимической загрязненности радиоактивных препаратов является недостаточная химическая чистота исходных материалов, подвергающихся облучению в ускорителях или в атомных реакторах. При облучении таких недостаточно химически чистых материалов, кроме основного изотопа, могут получиться другие радиоактивные изотопы, отделение которых от основного изотопа бывает иногда нелегким делом. Отсюда и возникает некоторая вероятность загрязнения радиоактивного препарата основного изотопа другими радиоактивными изотопами.

В этой связи нужно подчеркнуть, что требования к химической чистоте облучаемых материалов должны быть исключительно высокими. Однако, каким бы чистым ни был подвергающийся облучению материал, как правило, в процессе ядерного облучения получается не один радиоактивный изотоп, а несколько радиоактивных изотопов. Дело в том, что в качестве материалов для облучения часто берут не чистые химические элементы, а их соединения. Следовательно, в процессе облучения могут получаться радиоактивные изотопы за счет ядерных реакций со всеми изотопами, присутствующими в данном химическом соединении. С другой стороны, даже при облучении чистого химического элемента возможно образование различных радиоактивных изотопов как данного элемента, так и других элементов.

Таким образом, так или иначе возникает **сложная задача разделения изотопов**, выделение из облученных материалов нужных радиоактивных изотопов и очистка их от радиоактивных примесей.

Разделение и очистка радиоактивных изотопов, как правило, ведется химическими методами. Однако не всегда удается получить радиохимически чистые радиоактивные изотопы.

Короче говоря, всегда имеется некоторая вероятность присутствия в радиоактивном препарате радиоактивных примесей. В некоторых случаях они настолько малы, что ими можно пренебречь. Но в некоторых работах требования к радиохимической чистоте могут быть очень высокими.

Наконец, следует указать еще на один своеобразный источник химической и радиохимической загрязненности радиоактивных препаратов.

Известно, что ядерные излучения обладают химическим действием. Проходя через вещество, они способны вызывать разнообразные химические превращения. Свежеприготовленный и поставленный на хранение радиоактивный препарат «самооблучается» ядерным излучением, испускаемым при распаде радиоактивного изотопа. Под действием этого излучения в препарате могут происходить такие химические превращения, в результате которых образуются новые химические соединения, включающие данный радиоактивный изотоп. Химическое соединение радиоактивного изотопа становится, таким образом, химически загрязненным различными новыми соединениями радиоактивного изотопа. Такие явления наблюдаются особенно часто с мечеными органическими соединениями. Так, например, обнаружено, что меченый се-

рой-35 метионин при длительном хранении постепенно обогащается множеством различных других соединений, содержащих серу-35.

Все это говорит о том, что проверка химической и радиохимической чистоты радиоактивных изотопов — важная начальная стадия работы при практическом использовании радиоактивных изотопов.

Можно условно выделить две группы методов определения радиохимической чистоты радиоактивных изотопов: физические и химические. Охарактеризуем кратко каждую из этих групп в отдельности.

Физические методы

В основе физических методов определения радиохимической чистоты радиоактивных изотопов лежит независимость схем и констант радиоактивного распада от внешних условий. Каждый радиоактивный изотоп характеризуется определенным периодом полураспада, схемой распада и энергией излучений.

К физическим методам определения радиохимической чистоты радиоактивных изотопов относятся:

- 1) спектральный анализ радиоактивных излучений,
- 2) анализ кривой радиоактивного распада,
- 3) анализ кривых поглощения радиоактивных излучений (абсорбционный метод).

Точный анализ радиохимической чистоты радиоактивных изотопов, идентификация радиоактивных примесей могут быть проведены с помощью спектрального анализа радиоактивных излучений, испускаемых исследуемым радиоактивным препаратом. Сюда относится определение состава и энергии радиоактивного излучения. Однако этот метод не всегда может быть использован, так как для его применения необходима сложная физическая аппаратура (амплитудные анализаторы ядерных излучений). Наиболее часто в лабораторной практике используются методы анализа кривой радиоактивного распада и анализа кривых поглощения радиоактивных излучений.

Метод анализа кривой радиоактивного распада основан на том, что каждый радиоактивный изотоп (или радиоактивный изомер) однозначно характеризуется определенным значением постоянной распада (λ) или периода полураспада ($T_{1/2}$). Согласно этому методу измеряют активность исследуе-

мого препарата во времени и строят график зависимости «логарифм активности—время»*. Если радиоактивный изотоп, содержащийся в исследуемом препарате является радиохимически чистым, то, как это вытекает из экспоненциального характера закона радиоактивного распада, должна получиться линейная зависимость логарифма активности от времени распада. В этом случае график зависимости $\lg A = f(t)$ даст возможность произвести идентификацию радиоактивного изотопа путем определения по графику периода полураспада $T_{1/2}$. В пределах точности измерений экспериментальное значение периода полураспада должно совпасть с табличным его значением. Если же радиоактивный изотоп не является радиохимически чистым, то график радиоактивного распада в полулогарифмических координатах уже не будет представлять собой прямую линию. Графический анализ полученной кривой даст возможность определить состав и количество радиоактивного загрязнения.

Рассмотренный метод имеет, однако, ограничения, заключающиеся в том, что с его помощью можно практически производить анализ радиоактивных изотопов лишь с периодами полураспада примерно от десятков минут до нескольких суток. Очень короткоживущие и долгоживущие радиоактивные изотопы таким методом анализировать нецелесообразно. Кроме того, этим методом практически невозможно идентифицировать радиоактивные изотопы с близкими периодами полураспада, отличающимися друг от друга менее чем на 50%.

Остановимся более подробно на методе анализа кривых поглощения радиоактивных излучений, или абсорбционном методе.

Поглощение радиоактивных излучений, как известно, зависит от типа и состава излучений, их энергии, а также от некоторых свойств поглощающей среды. Для данного излучения и для данного поглощающего вещества кривая поглощения, отражающая зависимость интенсивности проходящего через вещество излучения от толщины слоя вещества, есть определенная характерная кривая. По кривым поглощения можно определить ряд важных физических параметров, характеризующих как свойства самого излучения (состав и энергия излучений), так и свойства поглощающего вещества (масса, плотность и т. д.).

* См. работу № 8 в практикуме по радиометрии (выпуск II).

Абсорбционный метод является одним из методов определения состава и энергии радиоактивных излучений. Но этот же метод может быть использован не только для идентификации радиохимически чистых радиоактивных изотопов, но и для определения радиохимической чистоты препаратов, идентификации радиоактивных загрязнений.

Рассмотрим условия, при которых целесообразно применение абсорбционного метода при определении радиохимической чистоты радиоактивных изотопов.

Пусть для исследования взят радиоактивный препарат, в котором имеется смесь двух радиоактивных изотопов, испускающих бета-лучи с простыми спектрами, но с резко различной максимальной энергией (мягкие и жесткие бета-лучи).

Как известно, поглощение бета-лучей может быть приближенно описано экспоненциальным уравнением:

$$I = I_0 e^{-\mu d} \quad (9)$$

где I_0 — начальная интенсивность излучения, I — интенсивность излучения после его прохождения через слой вещества, d — толщина слоя в г/см², μ — массовый коэффициент поглощения в см²/г. Так как при регистрации излучения счетчиком частиц интенсивность излучения пропорциональна скорости счета, то величины интенсивности излучения в формуле (9) могут быть заменены скоростями счета:

$$I = I_0 e^{-\mu d} \quad (9')$$

Массовый коэффициент поглощения μ есть определенная константа для данного бета-излучения с простым спектром. Следовательно, массовый коэффициент поглощения μ будет однозначно характеризовать данный бета-радиоактивный изотоп.

Если радиоактивный препарат содержит только один радиоизотоп, испускающий бета-лучи с простым спектром, то зависимость логарифма скорости счета $\lg N$ от толщины слоя d должна изображаться в полулогарифмических координатах приблизительно прямой линией (см. практикум по радиометрии выпуск II). Если же радиоактивный препарат содержит два радиоактивных изотопа с простыми бета-спектрами, но с различными максимальными энергиями, следовательно, и различными пробегами бета-лучей, то вид графика зависимости $\lg N$ от d будет иным: получится кривая, представленная в качестве примера на рис. 1.

К такого рода кривой можно применить методы графического анализа, применяемые при анализе сложных кривых радиоактивного распада смеси двух изотопов (см. практикум по радиометрии, выпуск II). Разложение кривой 1—2 на две составляющие можно произвести следующим образом. Обозначим через N_1 скорость счета, обусловленную регистрацией счетчиком мягкого бета-излучения, а через N_2 — жесткого бета-излучения. Так как мы имеем смесь двух изотопов, то счетчик регистрирует суммарное излучение, и кривая 1—2 выражает зависимость $\lg(N_1+N_2)$ от толщины слоя поглотителя d . Однако мягкое бета-излучение при некоторой толщине

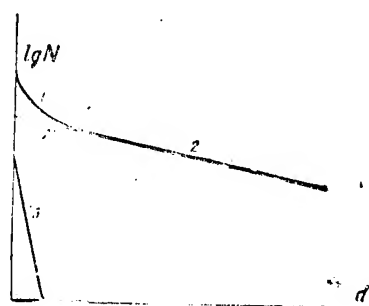


Рис. 1

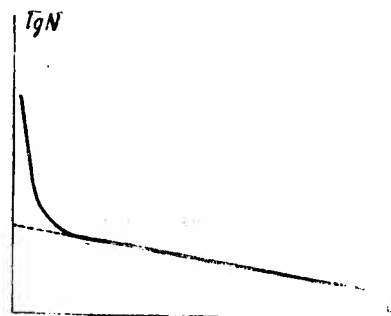


Рис. 2

поглотителя будет полностью поглощено и дальнейший ход поглощения бета-излучения будет соответствовать поглощению только жесткого бета-излучения. Таким образом линейный участок 2 на графике выражает зависимость $\lg N_2$ от d . Если проэкстраполировать этот линейный участок до пересечения с осью ординат, то мы получим участок 2', который будет отражать ход поглощения жесткой компоненты. Определяя по точкам участка 2' $\lg N_1$, а по логарифму — значения скорости счета N_1 для разных толщин d и зная экспериментальные значения суммарной скорости счета $N=N_1+N_2$ для участка 1, мы по разности определяем скорость счета $N_2=N-N_1$. Откладывая на том же графике $\lg N_1$, как функцию толщины поглотителя d , мы получим график поглощения мягкого бета-излучения (на рис. 1 линия 3). По наклону прямых 2'—2 и 3 можно определить коэффициенты поглощения μ или величины слоев полупоглощения d для бета-излучения каждого изотопа. Сравнивая

полученные данные со справочными, можно идентифицировать изотопы, содержащиеся в испытуемом радиоактивном препарате.

Применение абсорбционного метода в анализе радиохимической чистоты радиоактивных изотопов целесообразно лишь в тех случаях, когда изотопы, находящиеся в смеси, испускают излучения с резко различной проникающей способностью (мягкое и жесткое излучение) и когда в качестве примеси содержится изотоп, испускающий жесткое излучение. Если в смеси в качестве примеси находится изотоп, испускающий мягкое излучение, то трудно определять на фоне относительно большой интенсивности жестких лучей малую интенсивность мягких лучей. В этом случае абсорбционный метод применять нецелесообразно.

Другое дело, когда радиоактивный препарат содержит радиоизотоп, испускающий мягкие лучи, а в качестве примеси содержится изотоп, испускающий жесткие лучи. В этом случае можно приготовить препарат с высокой активностью, так чтобы абсолютное содержание примеси было достаточно для обнаружения ее с помощью счетчика частиц. Кривая поглощения излучения в полулогарифмических координатах в этом случае должна иметь вид, показанный на рис. 2. Эта кривая характеризуется резко ниспадающей частью кривой, отражающей поглощение мягкого излучения основного изотопа, и значительно менее резкой линейной частью кривой поглощения, отражающей поглощение жесткого излучения изотопа-примеси. Так как для анализа взят препарат с большой активностью, то при измерении активности этого препарата должна получиться очень большая скорость счета. Для того, чтобы не допустить этого, рекомендуется снимать кривую поглощения излучения, начиная с больших толщин поглощающего вещества и постепенно переходя к малым толщинам.

Нужно иметь в виду, что главная задача в данном случае заключается в идентификации радиоактивной примеси. Поэтому кривую поглощения можно полностью и не снимать, а определить лишь главным образом ход поглощения жесткой компоненты и частично мягкой компоненты, не допуская при этом очень высоких скоростей счета.

По прямолинейному участку кривой поглощения можно определить пробег или слой полупоглощения жестких бета-лучей и затем идентифицировать радиоактивный изотоп-примесь.

Экстраполируя линейный участок кривой поглощения до

пересечения с осью ординат, мы сможем получить величину активности изотопа-примеси в исследуемом радиоактивном препарате. Далее, зная эффективность счета для излучения изотопа-примеси, можно затем рассчитать удельную активность и относительное содержание изотопа-примеси в исходном радиоактивном препарате.

Из сказанного вытекает, что эффективность абсорбционного метода при определении радиохимической чистоты радиоактивных изотопов с простым мягким бета-излучением может быть очень высокой, если в качестве примесей содержатся изотопы, испускающие жесткое бета-излучение.

УПРАЖНЕНИЕ 1

Определение радиохимической чистоты радиоактивного изотопа серы-35 с помощью абсорбционного метода

Пусть для работы взят препарат изотопа серы-35, и нам необходимо определить его радиохимическую чистоту. Возможность загрязнения препарата серы-35 другими радиоактивными изотопами вытекает из рассмотрения ядерных реакций, использующихся для получения серы-35. При этом необходимо иметь в виду, что при облучении материалов, как правило, одновременно происходит несколько ядерных реакций с образованием различных радиоактивных изотопов.

Так, например, при облучении серы нейтронами идут реакции $S^{32}(n,p)P^{32}$ и $S^{34}(n,\gamma)S^{35}$, при облучении хлора нейтронами идут реакции $Cl^{35}(n,\alpha)P^{32}$ и $Cl(n,p)S^{35}$, при облучении серы дейтронами идут реакции $S^{34}(d,\alpha)P^{32}$ и $S^{34}(d,p)S^{35}$. Все эти реакции в принципе могут быть использованы для получения как фосфора-32, так и серы-35.

Для получения этих изотопов в радиохимически чистом виде необходимо осуществлять их разделение. Но степень разделения и очистки изотопов может быть разной.

Для того, чтобы убедиться в радиохимической чистоте препаратов фосфора-32 или серы-35, предназначенных для биологических и других экспериментов, следует проверить их радиохимическую чистоту.

Из рассмотрения ядерных реакций получения серы-35 вытекает, что в качестве одного из возможных радиоактивных изотопов-примеси к сере-35 является изотоп фосфора-32.

Изотопы серы-35 и фосфора-32 испускают бета-лучи с простым бета-спектром и резко различной максимальной энергией (для бета-лучей фосфора-32 $E_m = 1,708$ Мэв и

$R_m = 780 \text{ мгAl/см}^2$, для бета-лучей серы-35 $E_m = 0,169 \text{ Мэв}$.
 $R_m = 21 \text{ мгAl/см}^2$).

Поэтому в данном случае целесообразно применить абсорбционный метод для определения радиохимической чистоты препарата серы-35, подозревая в нем присутствие примеси изотопа фосфора-32, как изотопа, испускающего жесткие бета-лучи.

Оборудование и реактивы

1. Чашечки из алюминиевой фольги для приготовления радиоактивных препаратов.
2. Микропипетки.
3. Набор пластинок из алюминия для поглощения излучения толщиной 100 мг/см^2 и $10\text{—}25 \text{ мг/см}^2$.
4. Счетная установка Б-2 (желательно со свинцовым домиком).
5. Инфракрасная лампа для сушки (или термостат).
6. Препарат изотопа серы-35 с удельной активностью около 10 мкК/мл с примесью фосфора-32 около $0,1 \text{ мкК/мл}$.

Выполнение работы

1. В центр алюминиевой чашечки наносят $0,1 \text{ мл}$ раствора исследуемого препарата серы-35. Высушивают раствор на чашечке досуха под инфракрасной лампой (или в термостате).

2. Полученный радиоактивный препарат в алюминиевой чашечке с помощью плексигласовой подложки устанавливают на 3-ей позиции под торцовым счетчиком.

3. Вначале помещают между окном счетчика и препаратом столько алюминиевых пластинок, чтобы общая толщина поглощающего излучение фильтра составила около 800 мг/см^2 . Записывают в таблицу 4 показания счетчика при измерении интенсивности проходящего через фильтр излучения. Снять одну пластинку и вновь измерить интенсивность проходящего через фильтр излучения. Такие измерения производят до тех пор, пока толщина фильтра не станет около 100 мг/см^2 . Затем помещают пачку пластинок общей толщиной около 100 мг/см^2 и по $10\text{—}20 \text{ мг/см}^2$ каждая. Измеряют интенсивность проходящего излучения через интервалы $10\text{—}20 \text{ мг/см}^2$, постепенно снимая пластинку за пластинкой.

Измерения производят до тех пор, пока скорость счета не

Таблица 4

**Получение кривой поглощения излучения препарата
серы-35**

Дата измерений:

Тип установки: № установки:

Тип счетчика: № счетчика:

$V_H = \dots \text{с}; V_P = \dots \text{с}; k = \dots$

Разрешающее время установки $\tau = \dots \text{сек.}$

Фон счетчика $N_\Phi = \dots \text{имп/мин.}$

№ п/п	Толщина слоя d в мг/см^2	Время измерения t мин.	Показания счетчика a (b)	Число зарегистри- рованных импульсов $n = ak + b$ имп.	Скорость счета $N = \frac{n}{t}$ имп/мин.	Поправка на мертвое время K_τ	Скорость счета исправленная на мертвое время $N_0 = NK_\tau$ имп/мин.	Скорость счета исправленная на фон $I = N_0 - N_\Phi$ имп/мин.
1								
2								
3								
4								
5								
6								
7								
8								
9								
10								
11								
12								

превысит 10 000 имп/мин. Все результаты измерений записывают в таблицу 4.

У к а з а н и е: Измерение активности рекомендуется вести со статистической ошибкой 1% (см. работу № 7 в практикуме по радиометрии выпуск 1).

4. По результатам измерений строят в полулогарифмических координатах кривую поглощения излучения. Если в излучении препарата серы-35 будет обнаружена жесткая компонента, то нужно определить, какому изотопу она принадлежит. Для этого линейную часть кривой поглощения для жесткой компоненты экстраполируют до пересечения с осью ординат.

По полученной прямой линии определяют максимальный пробег и слой полупоглощения для жесткой компоненты излучения, и по этим показателям идентифицируют изотоп-примесь. Далее по отсеченному на оси ординат отрезку (см. рис. 2.) определяют удельную активность изотопа-примеси в анализируемом препарате серы-35 в имп/мин · мл и в мкК/мл, а также рассчитывают относительное загрязнение анализируемого препарата, выражая его в $\frac{\text{мкК примеси}}{\text{мкК основного изотопа}} \cdot 100\%$.

Результаты расчетов записывают в таблицу 5:

Таблица 5

Форма записи результатов анализа кривой поглощения

Удельная активность анализируемого препарата серы-35 (по паспорту): мкК/мл. Экспериментальные значения пробега и слоя полупоглощения излучения изотопа-примеси: $R_m =$ мг/см², $d_{1/2} =$ мг/см².

Результат идентификации изотопа примеси: обнаружена примесь изотопа, табличные значения $R_m =$ мг/см²; $d_{1/2} =$ мг/см².

Эффективность счета для излучения обнаруженного изотопа-примеси:

Удельная активность примеси в препарате:

$a =$ имп/мин · мл. = мкК/мл.

Относительное загрязнение:

$\frac{\text{мкК примеси}}{\text{мкК основного изотопа}} \cdot 100\% =$ %.

Химические методы

К химическим методам определения радиохимической чистоты радиоактивных изотопов относятся все известные препаративные методы разделения и выделения химических элементов: экстракция, соосаждение, отгонка, выщелачивание, адсорбция, электролиз, хроматография и многие другие.

Химические методы анализа радиохимической чистоты в сочетании с физическими методами нашли широкое применение в радиохимии. Это объясняется тем, что с помощью химических методов можно не только обнаружить радиоактивную примесь, но также и препаративно очистить анализируемый препарат от примеси. В этом состоит главное преимущество химических методов по сравнению с физическими методами, рассмотренными выше.

Химические методы разделения смесей веществ в зависимости от техники их осуществления могут быть условно разбиты на две группы: **статические и динамические методы**.

В статических методах применяется операция перемешивания реагентов гомогенных систем или различных фаз гетерогенных систем. Это перемешивание продолжается до тех пор, пока не установится в системе термодинамическое равновесие. Поэтому эти методы и называются статическими. Существенным недостатком статических методов является то, что в силу законов равновесия разделение смесей никогда не может быть полным. Для более или менее надежного разделения смеси нужно проводить избранную операцию не один раз, а многократно, например, многократно переосаждать, многократно экстрагировать и т. д.

В динамических методах разделение смесей веществ осуществляется при направленном движении смеси через экстрагирующие жидкости, сорбенты и различные реагенты. Важным преимуществом динамических методов по сравнению со статическими методами является то, что в динамических условиях направленного движения смеси статические процессы распределения веществ между различными фазами или различными реагентами осуществляются **многократно автоматически**.

Подсчеты показывают, что эффективность работы, например, ректификационных и сорбционных колонок соответствует десяткам, сотням и даже тысячам отдельных операций в статических методах.

Одним из динамических методов разделения смесей веществ является **хроматографический метод**.

Хроматографический метод был разработан в 1903 году русским ученым М. С. Цветом. В настоящее время этот метод является одним из главных методов химии, в том числе и радиохимии.

Основы хроматографического метода подробно излагаются в курсе лекций. В связи с тем, что хроматографический метод широко используется в практике работы с радиоактивными изотопами в биологии и сельском хозяйстве, а два следующих упражнения практикума посвящены применению хроматографического метода к определению радиохимической чистоты радиоактивных препаратов, приведем ряд определений понятий и терминов современной хроматографии.

Основной принцип хроматографии: любая жидкая или газообразная смесь веществ разделяются на составные компоненты в процессе движения ее через дисперсный материал, если существуют различия в сорбционном взаимодействии компонентов смеси с этим материалом.

Сорбция (сорбционное взаимодействие) — процесс взаимодействия веществ на границе раздела фаз, приводящий к определенному распределению веществ между двумя фазами.

С точки зрения рассмотрения пространственного распределения сорбируемых веществ можно указать два типа сорбции: **адсорбция и абсорбция.**

Адсорбция — сорбционный процесс, при котором сорбируемые вещества концентрируются только на границе раздела (поверхности) фаз.

Абсорбция — сорбционный процесс, при котором сорбируемые вещества распределяются во всем объеме соприкасающихся фаз.

Сорбент — материал, сорбирующий вещества.

На границе раздела фаз могут действовать два основных вида сил атомно-молекулярного взаимодействия: **молекулярные силы (ван-дер-ваальсовская связь) и химические силы (ионная и ковалентная связь).** В соответствии с природой сил атомно-молекулярного взаимодействия можно выделить три основных вида сорбции: **молекулярная сорбция, ионная сорбция и ковалентная сорбция.** Ионная и ковалентная сорбции могут быть объединены одним общим термином химической сорбции.

Постановка сорбционных опытов или техническое использование сорбции осуществляются в двух основных вариантах: **статическая сорбция и динамическая сорбция.**

Статическая сорбция (статика сорбции) — сорбционный

процесс, протекающий при механическом перемешивании двух несмешивающихся фаз и завершающийся установлением сорбционного равновесия между соприкасающимися фазами.

Динамическая сорбция (динамика сорбции) — сорбционный процесс, осуществляющийся в условиях направленного относительного движения двух соприкасающихся фаз, например, при фильтрации жидкостей или газов через слой пористого материала. Отсюда вытекает, что хроматографический метод разделения смесей веществ основан именно на явлении динамической сорбции веществ.

Сорбируемость — величина, характеризующая прочность связи данного вещества с данным сорбентом. Сорбируемость может измеряться или энергией сорбционного взаимодействия или величиной термодинамической константы в уравнении изотермы сорбции (распределения).

Сорбционный ряд — ряд веществ, расположенных в порядке уменьшения их сорбируемости на данном сорбенте.

Хроматографическая колонка — слой сорбента, который используется для хроматографического разделения смеси веществ.

Хроматограмма — серия зон веществ, распределенных по длине хроматографической колонки в направлении потока в порядке уменьшения их сорбируемости.

В основу классификации видов хроматографии можно положить различные признаки. Наиболее правильно классифицировать виды хроматографии по типам сорбционного взаимодействия. В соответствии с этим признаком можно указать три основных вида хроматографии: **молекулярную, ионную и ковалентную**. Последние два вида хроматографии могут быть объединены общим названием **химической хроматографии**.

Адсорбционная хроматография — разновидность хроматографии, в которой используются явления адсорбции.

Абсорбционная хроматография — разновидность хроматографии, в которой используются явления абсорбции.

Осадочная хроматография — разновидность хроматографии, в которой используется явление образования в хроматографической колонке осадков. Образование осадков есть крайний случай взаимодействия соприкасающихся фаз, при котором происходит образование новых труднорастворимых фаз (осадков).

В молекулярной хроматографии могут быть указаны

следующие разновидности: **адсорбционная хроматография** (классический метод М. С. Цвета), **абсорбционная хроматография** (распределительная хроматография — распределение между двумя жидкими несмешивающимися фазами), **осадочная хроматография** (выпадение молекулярных осадков).

В ионной хроматографии могут быть выделены следующие разновидности: **ионообменная хроматография**, **осадочная хроматография ионов**.

Для целей хроматографического разделения смесей веществ особенно перспективно использование специфических (избирательных) химических реакций, связанных с проявлением ковалентных сил (активированная адсорбция, комплексообразование и др.).

В зависимости от того, какая фаза в хроматографической колонке является подвижной фазой, можно различить **жидкостную хроматографию** и **газовую хроматографию**.

Хроматографирование — приемы практического осуществления хроматографического разделения смесей веществ.

Существует три основных способа хроматографирования: получение первичной (фронтальной) хроматограммы, промывание и вытеснение.

Получение первичной (фронтальной) хроматограммы — фильтрация исходной смеси веществ через хроматографическую колонку, в результате чего происходит частичное или полное разделение смеси веществ. Хроматографический анализ смеси веществ, основанный на способе получения первичной хроматограммы, называется **фронтальным анализом** или **фронтальной хроматографией**.

Промывание — пропускание через колонку растворителя после предварительного введения в колонку порции исходной смеси веществ. Хроматографическое разделение смеси веществ, основанное на способе промывания, называется **промывательной** или **элютивной хроматографией**.

Вытеснение — пропускание через колонку раствора десорбирующего вещества (вытеснителя) после предварительного введения в колонку порции исходной смеси веществ. Хроматографическое разделение смесей веществ, основанное на применении способа вытеснения, называется **вытеснительным анализом** или **вытеснительной хроматографией**.

На течение хроматографического процесса можно оказывать активное воздействие дополнительными химическими или физическими средствами. К химическим средствам относится, например, промывание колонки раствором компле-

ксообразователя, дающего с разделяемыми соединениями растворимые комплексы различной устойчивости. К физическим способам воздействия на хроматографический процесс относится применение температурного поля (термохроматография), электрического поля (электрохроматография), магнитного поля (магнетохроматография).

В зависимости от технического оформления хроматографического опыта различают следующие разновидности хроматографии: **колоночная хроматография** и **бумажная хроматография** (одномерная, двумерная, круговая и т. д.).

Колоночная хроматография — хроматографическое разделение смесей веществ на колонках пористых сорбентов.

Бумажная хроматография — хроматографическое разделение смесей веществ на полосах или листах фильтровальной бумаги.

Для качественного и количественного анализа хроматограмм могут быть использованы любые подходящие методы химического и физического анализа.

Проявление — процесс выявления невидимых бесцветных хроматографических зон путем обработки хроматограммы химическими реактивами, дающими реакции окрашивания с анализируемыми веществами.

Анализ неокрашенных хроматограмм можно производить с помощью физических методов: измерение диэлектрической постоянной слоев колонки с помощью радиотехнических схем, облучение хроматограмм ультрафиолетовым светом, рентгеновскими лучами. Для анализа хроматограмм могут быть использованы методы количественного химического анализа, а также различные физические приборы — колориметры, рефрактометры, спектрофотометры, интерферометры, кондуктометрические приборы и т. д.

При сочетании метода хроматографии с другими физическими методами возникают новые комплексные методы. К таким комплексным методам относятся, например, методы **полярхроматографии** (сочетание полярграфии с хроматографией) и **радиохроматографии**. Такие комплексные методы особенно эффективны, так как в них сочетаются преимущества нескольких методов и вместе с тем исключаются некоторые недостатки, присущие каждому из методов в отдельности.

Радиохроматограмма — хроматограмма меченых (радиоактивных) веществ. Анализ радиохроматограмм может производиться методами радиоавтотграфии и радиометрии.

Применение радиохроматографического метода в определении радиохимической чистоты радиоактивных изотопов заключается в хроматографировании радиоактивного препарата и последующем анализе полученной радиохроматограммы методами радиоавтографии и радиометрии. Для хроматографирования радиоактивных препаратов могут быть использованы любые подходящие разновидности хроматографического метода, указанные выше.

В данной работе предлагается выполнить два упражнения на применение радиохроматографического метода в определении радиохимической чистоты радиоактивных изотопов.

УПРАЖНЕНИЕ 2

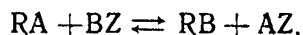
Определение примесей радиоактивных металлов в препарате радиоактивного изотопа фосфора-32 методом колоночной радиохроматографии

При получении фосфора-32 или серы-35 часто в качестве материалов для ядерного облучения используют соединения с металлами, например, NaCl , KCl , RbCl , $\text{Ca}(\text{PO}_3)_2$, FeCl_3 , FeP , FeS и другие. Кроме того, в облучаемых материалах могут в виде примесей находиться и другие металлы. Например, соединения железа могут быть загрязнены примесью кобальта и т. д.

Одним из эффективных методов удаления радиоактивных примесей, содержащихся в растворах в ионной форме, является метод ионообменной хроматографии.

В качестве ионообменных сорбентов широко используются ионообменные смолы, являющиеся синтетическими ионогенными пространственными полимерами.

В молекулярной сетке таких полимеров содержатся обменные ионы, которые могут вступать в реакции ионного обмена в растворах электролитов:



где R—символическое обозначение ионогенного радикала смолы, A и B —обменивающиеся ионы, Z —катионный или анионный остаток в зависимости от того, обмениваются ли катионы или анионы.

Ионообменные сорбенты, обменивающие катионы, часто сокращенно называют катионитами, а обменивающие анионы — анионитами.

Для поглощения катионов металлов необходимо использовать катиониты. Так, например, для того, чтобы очистить раствор от радиоактивных катионов металлов, нужно пропустить раствор через колонку катионита. Такая колонка должна сорбировать радиоактивные катионы металлов.

Колонки катионитов или анионитов могут быть использованы и для определения радиохимической чистоты радиоактивных изотопов.

При использовании колонок ионообменных сорбентов для удаления из раствора тех или иных радиоактивных компонентов нужно, однако, хорошо знать возможный химизм процессов, происходящих в ионообменной колонке. При пропускании различных растворов через колонки ионообменных сорбентов нужно быть уверенным в том, что компонент, удаление которого предполагается произвести, действительно находится в исходном растворе в **нужной ионной форме**.

Дело в том, что часто металлы в зависимости от состава и pH раствора могут быть не только в форме простых свободных катионов, но и давать комплексные соединения с различными знаком и величиной заряда. Так, например, железо дает железо-фосфатные комплексы, которые, будучи электроотрицательными, не будут сорбироваться в колонке катионита. С другой стороны, и некоторые кислоты могут давать комплексные соединения различного состава и различной зарядности. Кроме того, в ионообменных колонках непосредственно в процессе хроматографирования могут создаваться такие условия, при которых будут протекать помимо ионообменной сорбции также и различные другие побочные физико-химические процессы — образование осадков, комплексообразование и другие.

Так, например, при избытке в растворе гидроксильных ионов в ионообменной колонке возможно выпадение осадка гидроксида железа, а если в растворе присутствуют фосфат-ионы, то и образование осадка фосфата железа.

При разработке рациональных схем разделения веществ хроматографическим методом необходим предварительный всесторонний анализ химизма возможных процессов.

В данном упражнении для опыта будет дан препарат фосфора-32 с примесью кобальта-60. Задача будет заключаться в том, чтобы с помощью катионитовой колонки обнаружить примесь кобальта-60, отделить ее от радиоактивного фосфора-32 и определить относительную загрязненность препарата фосфора-32.

В качестве катионита будет использована катионообменная смола КУ-2, являющаяся сильнокислотным катионитом. Смола должна быть приготовлена в Н-форме. Это значит, что обменным ионом, находящимся в смоле, является ион H^+ . При пропускании раствора электролита через колонку такой смолы катионы будут поглощаться в обмен на ион водорода.

Предварительными опытами установлено, что кобальт в присутствии фосфорной кислоты находится в форме простого катиона Co^{++} и никакие другие побочные процессы, кроме ионного обмена $H^+ \rightleftharpoons Co^{++}$ в катионитовой колонке не идут. Колонка катионита будет полностью сорбировать содержащиеся в растворе фосфорной кислоты ионы кобальта.

Сущность методики отделения кобальта от фосфата будет заключаться в следующем.

Сначала нужно будет приготовить колонку смолы КУ-2 в Н-форме. Для опыта берут такое количество смолы, чтобы ее емкость поглощения значительно превышала количество примесей, наличие которых предполагается в радиоактивном препарате. Рекомендуются приготовить смолу, имеющую зернение в пределах 0,1—0,25 мм. Насыщение смолы ионом водорода производится путем фильтрации через колонку смолы раствора кислоты, например, HCl . Избыток HCl затем удаляется промыванием колонки дистиллированной водой.

После того, как колонка готова к работе, через нее пропускают исследуемый радиоактивный раствор. Далее колонку промывают водой для удаления из нее остатков раствора. Если в исследуемом препарате была примесь радиоактивных катионов металлов и в колонке осуществлялась только простая реакция ионного обмена, то в верхних слоях колонки должна образоваться радиоактивная зона сорбированных радиоактивных катионов. Обнаружить эту зону можно с помощью торцового счетчика-щупа с диафрагмой в виде щели (см. рис. 3).

Торцовые счетчики-щупы, предназначенные для изучения распределения радиоактивных веществ в хроматографических колонках, снабжаются набором диафрагм из различных материалов (плексиглас, алюминий, свинец и др.), с различной шириной щели и с различной толщиной поглощающего слоя. Выбор тех или иных диафрагм диктуется условиями опыта, типом регистрируемого излучения, уровнем активности и т. д. Кроме того, такие счетчики-щупы снабжаются набором отдельных пластинок-поглотителей для закрывания щели

диафрагмы с помощью которых также можно регулировать скорость счета счетчика, поглощать отдельные компоненты ядерного излучения.

На рис. 4 схематически показано расположение счетчика-щупа и хроматографической колонки в процессе изучения распределения радиоактивных веществ в колонке.

Недостатком такого способа изучения распределения радиоактивных веществ в хроматографических колонках является то, что с помощью счетчика-щупа можно обнаружить

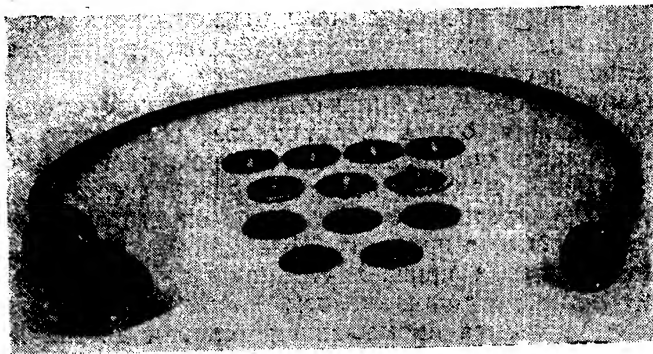


Рис. 3. Торцовый счетчик-щуп с набором диафрагм и пластинок-поглотителей.

только изотопы, испускающие жесткое проникающее излучение.

Для более полного определения сорбированных в колонке примесей можно произвести их вытеснение из колонки в фильтр, а затем измерить активность полученного радиоактивного фильтрата обычным способом. Но полное вытеснение сорбированных примесей не всегда удастся произвести, так как некоторые вещества настолько прочно сорбируются, что для их полного вытеснения необходимо пропускать значительные объемы раствора вытеснителя.

Можно пойти и другим путем — произвести сухое или мокрое озоление смолы, сорбировавшей радиоактивные примеси, и определить активность золы или раствора золы. При известной стандартизации измерений можно произвести и прямое определение активности предварительно высушенной радиоактивной смолы.

Для определения радиохимической чистоты препарата фосфора-32 можно применить также и колонку анионита. При пропускании исследуемого радиоактивного раствора через колонку анионита в ней будут сорбироваться фосфат-ионы, а катионы останутся в фильтрате.

В качестве анионита может быть использована смола ЭДЭ-10, являющаяся сильноосновным анионитом.

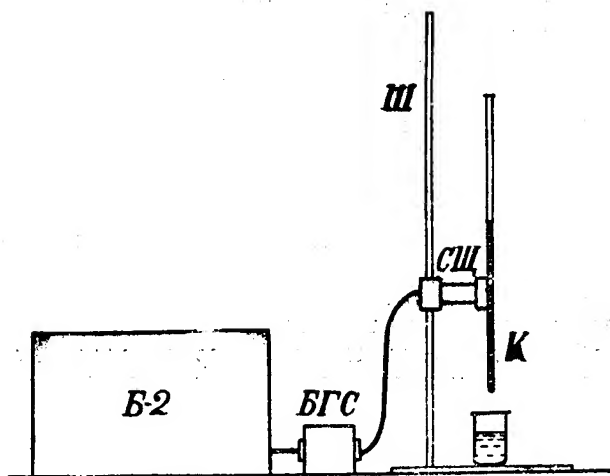


Рис. 4. Схема расположения счетчика-шупа и хроматографической колонки в процессе изучения распределения радиоактивных веществ в колзнике. Обозначения: Б-2—счетная установка, БГС—входной блок, Ш—штатив, СШ—счетчик-шуп, К—хроматографическая колонка.

Количество смолы берется такое, чтобы полностью был поглощен колонкой смолы радиоактивный фосфат.

Предварительно колонку насыщают ионом гидроксила для получения смолы в ОН-форме. Для этого через колонку пропускают раствор NaOH, а затем колонку промывают водой для удаления остатков раствора.

При пропускании раствора фосфата через ОН-обменную колонку анионита будет происходить сорбция фосфат-ионов в обмен на ионы гидроксила.

Итак, если через ОН-обменную колонку анионита пропустить раствор радиоактивного фосфата, загрязненного радиоизотопами в катионной форме, а затем колонку промыть водой, то в колонке будут задержаны радиоактивные фосфат-ионы, а в фильтрат перейдут радиоактивные вещества в ка-

тионной форме, например, ионы радиоактивного кобальта Co^{++} .

С помощью счетчика определяют удельную активность собранного фильтрата, и потом рассчитывают удельную активность радиоактивной примеси в исследуемом препарате фосфора-32.

В упражнении 2 будут использованы для определения радиохимической чистоты препарата фосфора-32 колонка катионита и колонка анионита.

Оборудование и реактивы

1. Противень, покрытый фильтровальной бумагой; свинцовый защитный экран; фарфоровая кружка для отбросов*.
2. Пипетки на 0,2 мл, 1 мл, 10 мл; шприц.
3. Штативы.
4. Стекланные трубки диаметром 5—6 мм и длиной 25 см.
5. Маленькие конические воронки.
6. Стаканчики на 50 мл.
7. Мерные колбочки на 25 мл.
8. Пробирки градуированные и неградуированные.
9. Стекланные чашечки для нанесения проб радиоактивных растворов.
10. Торцовый счетчик-щуп с набором диафрагм и пластинок поглотителей излучений.
11. Счетная установка Б-2.
12. Препараты фосфора-32 и кобальта-60 с паспортами. В качестве исследуемого раствора приготовить раствор следующего состава: 0,1 н $\text{H}_3\text{P}^*\text{O}_4$ с удельной активностью 1—10 мкК P^{32} /мл и 0,001—0,0001 н Co^*Cl_2 с удельной активностью около 0,1 мкК Co^{60} /мл.
13. Ионообменные смолы КУ-2 и ЭДЭ-10 с зернением 0,10—0,25 мм.
14. Растворы: 1 н HCl и 1 н NaOH .

Выполнение работы

А. Работа с колонкой катионита

1 Подготовить колонку катионита к опыту. Для этого взять стеклнную трубку диаметром 5—6 мм и длиной 25 см с оплавленным концом, вставить в этот конец трубки малень-

* В работе используется изотоп кобальт-60, испускающий гамма-лучи. Необходимо применять соответствующие меры защиты при работе с гамма-излучающими изотопами.

кий тампон из ваты, надеть на другой конец трубки с помощью резиновой трубки маленькую коническую воронку, установить трубку в штативе. Взять навеску 1,5 г воздушно-сухой смолы КУ-2, поместить ее в пробирку и залить 10 мл 1 н HCl, пробирку закрыть резиновой пробкой и взболтать суспензию смолы.

Под стеклянную трубку поставить стаканчик для собирания фильтрата. Стеклянную трубку и воронку заполнить раствором 1 н HCl и затем сразу после этого перенести в воронку взболтанную суспензию смолы из пробирки. Смола начнет оседать и одновременно через нее будет фильтроваться раствор HCl, насыщая смолу ионом водорода. После того, как раствор кислоты будет отфильтрован, через колонку пропустить 10 мл воды.

2. Ввести в колонку 1 мл исследуемого радиоактивного раствора. С помощью счетчика-щупа исследовать распределение активности вдоль колонки. Для этого нанести тушью на стекле по длине слоя колонки деления через каждые 0,5 см, а затем измерить счетчиком-щупом активность каждого слоя колонки.

Указание. Пользуясь набором различных диафрагм к счетчику-щупу, необходимо в соответствии с конкретными условиями измерений подобрать нужную диафрагму. При этом иметь в виду, что фосфор-32 испускает жесткое бета-излучение с энергией $E_{\beta} = 1,7$ Мэв, а кобальт-60 — сравнительно мягкое бета-излучение $E_{\beta} = 0,306$ Мэв и жесткое гамма-излучение с энергией $E_1 = 1,17$ Мэв и $E_2 = 1,33$ Мэв.

Часть излучения будет поглощаться в слое смолы и слое стекла трубки. Рекомендуется брать диафрагму с наименьшей шириной щели и с наибольшей толщиной экранирующего слоя. Чем меньше ширина щели диафрагмы и больше толщина самой диафрагмы, тем уже пучок излучения, вырезаемый диафрагмой и тем точнее определяется активность в данном слое колонки. Если скорость счета окажется очень большой (>30000 имп/мин) и ее не удастся уменьшить с помощью подбора нужной диафрагмы, то для уменьшения скорости счета и поглощения (частичного или полного) бета-излучения фосфора-32, следует закрыть щель пластинкой-поглотителем. Толщину пластинки взять такой, чтобы скорость счета не превышала 30 000 имп/мин. Результаты измерений записывают в таблицу 6.

3. Промыть колонку 10 мл воды. Вновь с помощью счетчика-щупа исследовать распределение активности вдоль

колонки. Результаты измерений записать также в таблицу 6. Если после промывания в верхних слоях колонки будет обнаружена активность, то это будет свидетельствовать о том, что примесь радиоактивного кобальта-60 задержана колонкой катионита и тем самым отделена от фосфора-32.

4. По результатам измерений построить кривую первичного распределения активности колонки $A_1=f(L)$ и распределения активности после промывания колонки $A_2=f(L)$.

5. Смолу из стеклянной трубки перенести в колбу Кьельдаля и произвести мокрое сжигание смолы.

Затем определяют активность раствора, полученного после сжигания радиоактивной смолы и рассчитывают относительную загрязненность препарата фосфора-32.

П р и м е ч а н и е. При недостатке времени п. 5 можно не выполнять.

Методика мокрого сжигания смолы:* 1 г смолы помещают в колбу Кьельдаля емкостью 30—50 мл и заливают 20 мл концентрированной серной кислоты. При медленном нагревании (обязательно под тягой) наблюдается обугливание смолы. После кипячения в течение 5 минут получается черная суспензия. После этого в кипящую суспензию добавляют по каплям 10 мл концентрированной азотной кислоты со скоростью 1 мл/мин. Начинается выделение паров окиси азота. В процессе дальнейшего кипячения содержимое колбы начинает постепенно светлеть. После добавления последних капель азотной кислоты кипятят еще 5 минут до получения совершенно прозрачного раствора. Раствор затем переносят количественно в мерную колбочку, доводят водой до метки, и определяют его удельную активность известным способом.

* Дается в расчете на 1 г сухой смолы.

Распределение активности вдоль колонок катионита и анионита

Время каждого измерения $t=1$ мин. Обозначения в таблице: см. таблицу 4.

43

1. Измерение удельной активности растворов

Фон счетчика $N_{\Phi} = \dots$ имп/мин.

Разбавление:	Разбавление:
Удельная активность исследуемого раствора:	Удельная активность фильтрата:
. имп/мин · мл имп/мин. мл.

$$\frac{\text{общая активность фильтрата}}{\text{общая активность введенного раствора}} \times 100\% = \dots \%$$

Б. Работа с колонкой анионита

1. Подготовить колонку анионита к опыту. Способ подготовки колонки аналогичен предыдущему. Для опыта взять навеску 1,5 г воздушно-сухой смолы ЭДЭ-10. Насыщение смолы гидроксил-ионами произвести из раствора 1 н NaOH.

2. Ввести в колонку 1 мл исследуемого радиоактивного раствора. С помощью счетчика-щупа исследовать первичное распределение активности вдоль колонки. Результаты измерений записать в таблицу 6.

3. Промыть колонку 10 мл воды, собирая фильтрат в отдельную мерную пробирку или мерную колбочку. Вновь исследовать счетчиком-щупом распределение активности вдоль колонки. Результаты измерений записать в таблицу 6.

4. Построить графики первичного распределения активности и распределения активности после промывания вдоль колонки: $A=f(L)$. Меченые фосфат-ионы должны полностью сорбироваться колонкой анионита, что и должны показать полученные графики распределения активности в колонке.

5. Измерить удельные активности исследуемого радиоактивного раствора и фильтрата после промывания. Для этого, сделав необходимые разбавления исследуемого раствора (см. работу № 1 данного практикума), приготовить такой раствор, чтобы нанесенная в стеклянную чашечку радиоактивная проба давала в выбранных условиях измерения на счетчике скорость счета не более 3000 имп/мин. Препараты готовят в 3—5-кратной повторности. Окончательный результат выводят как среднее арифметическое из результатов измерений отдельных проб.

После измерения удельных активностей растворов рассчитать относительное загрязнение препарата фосфора-32. Результаты измерений и расчетов записывают в таблицу 7.

УПРАЖНЕНИЕ 3

Определение радиохимической чистоты препарата радиоактивного изотопа железа-59 методом бумажной радиохроматографии

Очень тонким и эффективным методом анализа радиохимической чистоты радиоактивных препаратов является метод бумажной радиохроматографии.

Методика получения бумажных хроматограмм в принципе состоит в следующем.

Капля исследуемой смеси веществ наносится, отступая несколько от края, на один из концов листа или полосы фильтровальной бумаги. Далее, край листа бумаги опускается в растворитель. В процессе капиллярного движения растворителя по бумаге будет происходить хроматографическое разделение смеси веществ. Если разделяемые вещества являются радиоактивными, то после хроматографирования смеси веществ и высушивания бумаги можно с помощью счетчика, радиометрически, или с помощью рентгеновской пленки, радиоавтографически, изучать распределение радиоактивных веществ в хроматограмме.

Существует ряд методических разновидностей бумажной хроматографии: одномерная, двумерная, круговая, секторно-одномерная и другие. В одномерной хроматографии пробу ис-

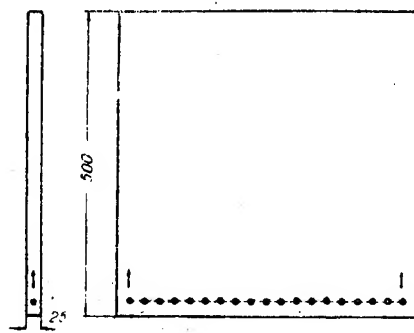


Рис. 5. Форма полос или листов бумаги при одновременной хроматографии. Черные кружки—места нанесения проб. Стрелками указано направление движения растворителя. Размеры указаны в мм.

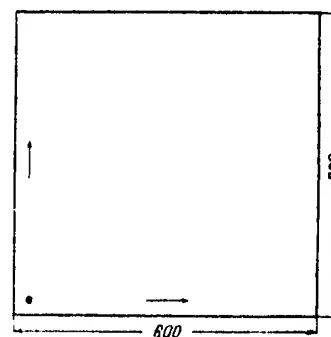
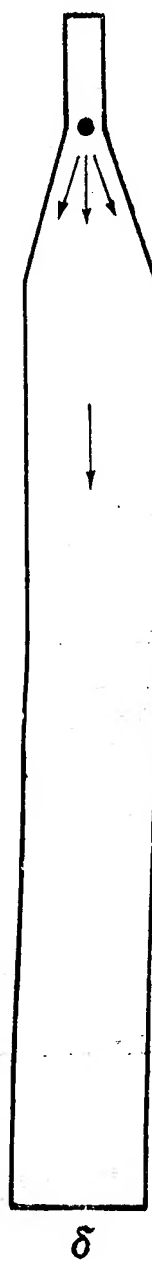
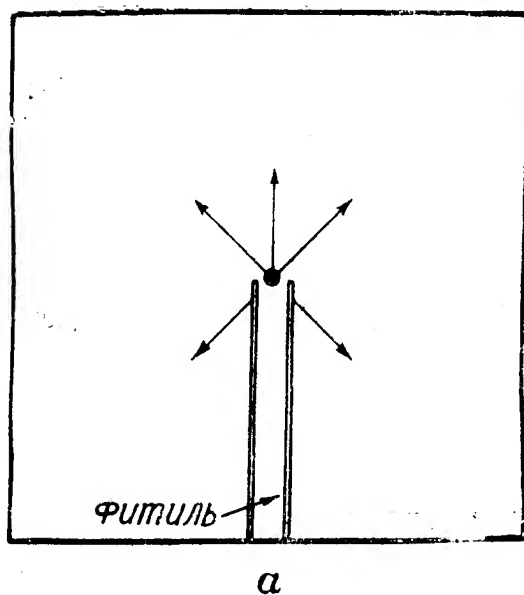


Рис. 6. Форма листа бумаги при двумерной хроматографии. Черный кружок—место нанесения пробы. Стрелками указано направление движения растворителей. Размеры указаны в мм.

следуемой смеси наносят на отдельную полосу, а если имеется много проб и «свидетелей» (чистых известных соединений), то их наносят в ряд на лист бумаги (рис. 5). Для разделения применяют один растворитель, движущийся в одном направлении (направление растворителя на рис. 5 указано стрелкой).

В двумерной хроматографии проба смеси веществ наносится на одном из углов листа бумаги. Сначала хроматографирование пробы ведется одним растворителем в одном направлении, а затем после высушивания лист бумаги переворачивается на 90° , и хроматографирование ведется другим рас-

Рис. 7а. Форма листа бумаги при круговой хроматографии. Черный кружок — место нанесения пробы. Стрелками указано радиальное направление движения растворителя, впитываемого бумагой через бумажный фитиль. 7б. Форма полосы бумаги при секторно-одномерной хроматографии. Черный кружок — место нанесения пробы. Стрелками указано направление движения растворителя.



творителем в другом, перпендикулярном к предыдущему направлению (рис. 6).

Одним из недостатков одномерной и двумерной хроматографии является диффузное расширение зон отдельных соединений и, как следствие этого, перекрытие зон и плохое их разделение. Этот недостаток устраняется в методике круговой и секторной хроматографии.

В круговой хроматографии в листке фильтровальной бумаги вырезается узкая полоска («хвостик»-фитиль). Проба наносится с основания выреза, как показано на рис. 7а, «хвостик» опускается в растворитель, и по нему растворитель впитывается листом бумаги. Фронт растворителя при этом растекается по бумаге радиально (рис. 7а). В процессе такого хроматографирования происходит также радиальное движение зон разделяемых веществ. Зоны получают форму расширяющихся окружностей или дуг. Так как количества разделяемых веществ постоянны, а длина окружностей или дуг постепенно увеличивается, то происходит постепенное сокращение ширины зон. Зоны получаются узкими, а это ведет к более четкому и эффективному разделению смеси веществ.

В секторно-одномерной хроматографии комбинируется способ круговой (секторной) хроматографии с одномерной (рис. 7б). Для хроматографического анализа используют специальную фильтровальную бумагу, выпускаемую нашей бумажной промышленностью.

Чтобы предотвратить испарение растворителя при движении его по бумаге, процесс хроматографирования приходится проводить в герметических камерах.

Каждое соединение на листе бумаги будет иметь в данных условиях (растворители, температура) строго определенное место, определяемое его физико-химическими свойствами. Положение каждого соединения на бумажной хроматограмме может характеризоваться коэффициентом движения R_F :

$$R_F = \frac{\text{скорость движения зоны данного соединения}}{\text{скорость движения фронта растворителя}} \quad (10)$$

Согласно теории хроматографии:

$$R_F = \frac{h}{1+h} \quad (11)$$

где h — распределительное отношение, численно равное отношению количеств вещества в подвижной фазе к количеству

вещества в неподвижной фазе. В адсорбционной хроматографии распределительное отношение h равно отношению количеств вещества в растворе к количеству вещества в адсорбированном состоянии. В распределительной (абсорбционной) хроматографии величина h равна отношению количеств вещества в подвижном и неподвижном двух несмешивающихся растворителях. В этом случае:

$$h = \frac{V_{\text{п}} \cdot C_{\text{п}}}{V_{\text{н}} \cdot C_{\text{н}}} = \frac{V_{\text{п}}}{V_{\text{н}}} \cdot \alpha \quad (12)$$

где $V_{\text{п}}$ и $V_{\text{н}}$ — объемы подвижной и неподвижной фаз соответственно, $C_{\text{п}}$ и $C_{\text{н}}$ — концентрации веществ в подвижной и неподвижной фазах соответственно, $\alpha = C_{\text{п}}/C_{\text{н}}$ — коэффициент распределения, зависящий от растворимости веществ в двух несмешивающихся фазах.

Для расшифровки бумажных хроматограмм могут быть использованы следующие показатели: коэффициенты R_F , визуальное сопоставление хроматограмм неизвестных веществ с хроматограммами известных веществ (способ «свидетелей»), специфическая окраска зон при проявлении, специ-

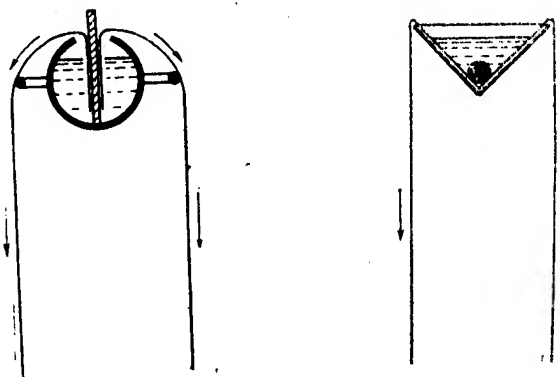


Рис. 8. Желобки для растворителей при проведении хроматографирования способом нисходящего потока. Слева — желобок из молибденового стекла (в разрезе). Справа — желобок из нержавеющей стали (в разрезе).

фический свет люминесценции в ультрафиолетовых лучах и многие другие.

Радиоактивные зоны на бумажной хроматограмме, как уже отмечалось, легко обнаруживаются радиометрическим или радиоавтографическим способом.



Рис. 9. Камера для проведения хроматографирования способом нисходящего потока. В качестве камеры используется вегетационный сосуд. В камере установлен стеклянный желобок. Сверху сосуд закрывается стеклом.

В данном упражнении поставлена задача применить метод бумажной радиохроматографии к определению радиохимической чистоты радиоактивного железа-59.

В качестве камер для хроматографии могут быть использованы большие вегетационные сосуды, цилиндры, аквариумы и т. д.

Поток растворителя по бумаге может быть восходящим или нисходящим. При способе восходящего потока растворитель может быть налит прямо на дно стеклянного сосуда или в отдельный сосуд, который ставится на дно камеры. При способе нисходящего потока растворитель наливается в специальные желобки из стекла или нержавеющей стали (рис. 8).

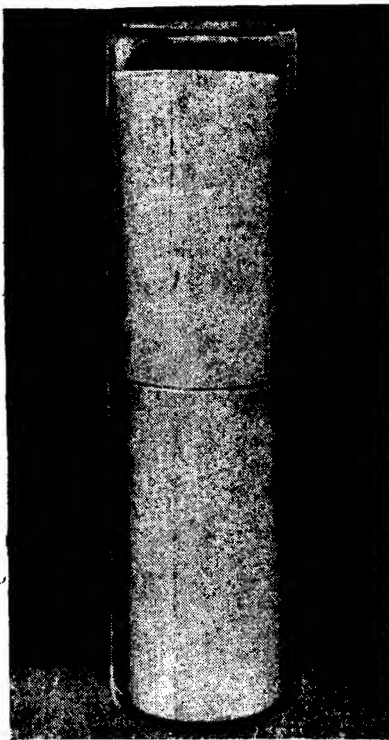


Рис. 10. Камера для получения одномерных и двумерных хроматграмм способом восходящего потока. В качестве камеры использованы два вегетационных сосуда. Растворитель наливается на дно нижнего сосуда. Лист бумаги сворачивается в виде цилиндра, который ставится в растворитель. Сверху бумажный цилиндр закрывается вторым сосудом. Место соединения сосудов замазывается пластилином.

На рис. 9—11 показано несколько образцов различных камер для хроматографирования.

Круговые хроматограммы получают, используя чашки Петри (рис. 12), кристаллизаторы (рис. 13) или другие приспособления.

Высушивание листов фильтровальной бумаги после хроматографирования производится под тягой при комнатной температуре или в сушильных шкафах.

Для проявления зон бесцветных веществ нужно провести операцию проявления хроматограммы. Для этого лист бумаги, на котором содержится хроматограмма, опрыскивается из стеклянного пульверизатора (рис. 14) реактивом, дающим реакцию окрашивания с исследуемыми соединениями.

Возможность загрязнения препарата железа-59 другими радиоактивными изотопами вытекает из следующего.

Во-первых, природное железо состоит из нескольких изотопов (Fe^{54} , Fe^{56} , Fe^{57} , Fe^{58}). Поэтому при облучении при-

родного железа с различными изотопами могут происходить различные ядерные реакции.

Во-вторых, препараты железа, идущие на облучение, могут иметь примеси кобальта, никеля и других сопутствующих трудноотделимых примесей. При облучении примесей частицами также могут идти различные ядерные реакции, ве-

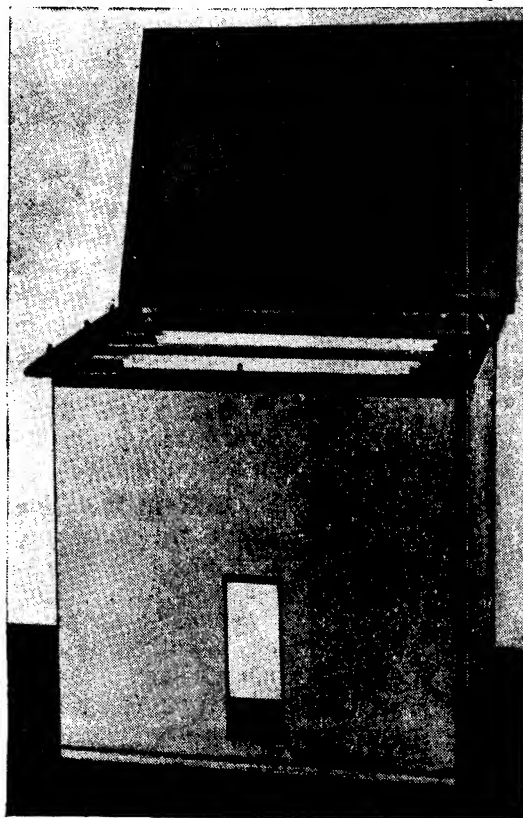


Рис. 11. Большая хроматографическая камера из нержавеющей стали для получения одномерных и двумерных хроматограмм способом нисходящего потока. В верхней части камеры установлены желобки из нержавеющей стали. Сверху камера герметически закрывается крышкой. Для наблюдения за фронтом растворителя в стенке камеры имеется смотровое окно.

дущие к образованию радиоактивных изотопов. В качестве примера, иллюстрирующего сказанное, можно привести следующие ядерные реакции с нейтронами: $\text{Fe}^{58}(\text{n}, \gamma)\text{Fe}^{59}$, $\text{Co}^{59}(\text{n}, \text{p})\text{Fe}^{59}$, $\text{Co}^{59}(\text{n}, \gamma)\text{Co}^{60}$, или реакции с дейтеронами: $\text{Fe}^{58}(\text{d}, \text{p})\text{Fe}^{59}$, $\text{Co}^{59}(\text{d}, 2\text{p})\text{Fe}^{59}$, $\text{Co}^{59}(\text{d}, \text{p})\text{Co}^{60}$, $\text{Co}^{59}(\text{d}, 2\text{n})\text{Ni}^{59}$.

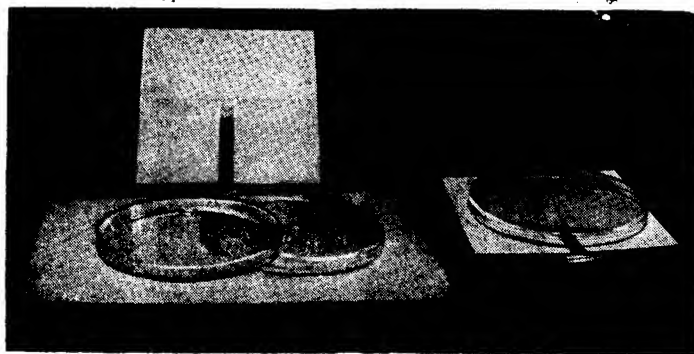


Рис. 12. Получение малых круговых хроматограмм. Используются чашки Петри.

Из рассмотрения этих реакций вытекает возможность загрязнения препарата железа-59 долгоживущими изотопами Ni^{59} и Co^{60} . Выход реакции образования Ni^{59} очень мал, поэтому его присутствие в препарате железа-59 мало вероят-

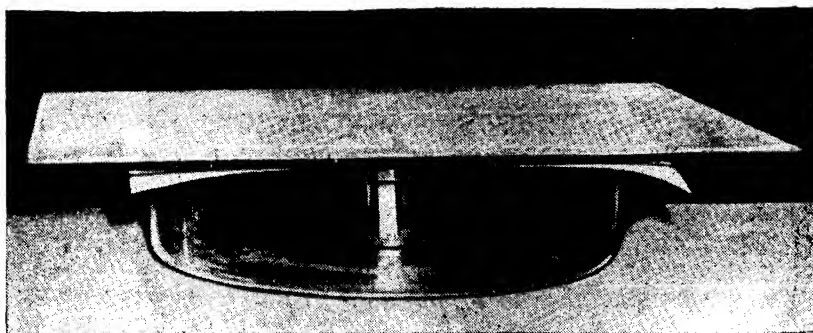


Рис. 13. Получение больших круговых хроматограмм. Используется большой кристаллизатор. Фитиль опускается в стаканчик с растворителем.

но. Наиболее вероятно присутствие в препарате железа-59 радиоактивного изотопа Co^{60} , так как кобальт используется для получения железа-59 по реакциям $\text{Co}^{59}(\text{n},\text{p})\text{Fe}^{59}$ или $\text{Co}^{59}(\text{d},2\text{p})\text{Fe}^{59}$, для которых есть конкурирующие реакции $\text{Co}^{59}(\text{n},\gamma)\text{Co}^{60}$ и $\text{Co}^{59}(\text{d},\text{p})\text{Co}^{60}$.

Сущность методики определения радиохимической чистоты препарата железа-59 бумажной радиохроматографией заключается в следующем.

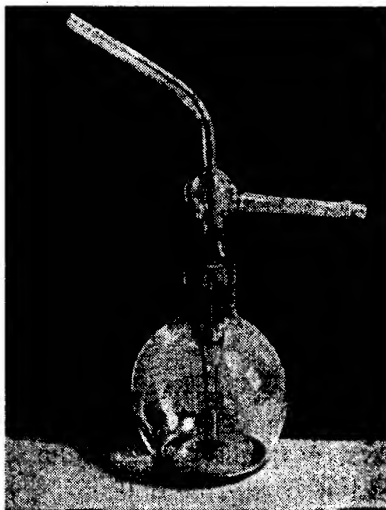


Рис. 14. Стекло́нный пульверизатор для проявления бумажных хроматограмм.

Проба исследуемого препарата железа-59 объемом 0,01 мл наносится на хроматографическую бумагу и подвергается хроматографированию специально подобранным растворителем. После окончания хроматографирования бумагу высушивают и кладут на рентгеновскую пленку для получения радиоавтографа с бумажной радиохроматограммы.

Если препарат железа-59 является радиохимически чистым то должна получиться одна радиоактивная зона. Если же он загрязнен другими радиоактивными примесями, то на бумаге должно образоваться несколько зон.

Идентификация зон хроматограммы может быть осуществ-

влена методом свидетелей. Так как мы подозреваем присутствие в препарате железа-59 изотопов Ni^{59} и Co^{60} , то в качестве свидетелей нужно взять катионы никеля и кобальта. Для этого необходимо предварительно определить положение этих катионов на хроматограмме при совместном их хроматографировании с катионом железа.

При очень низких концентрациях нельзя обнаружить зоны этих катионов даже путем проявления хроматограммы реактивами, дающими высокочувствительные реакции окрашивания.

Поэтому для более точной идентификации радиоактивных зон на бумажной радиохроматограмме целесообразно добавить к анализируемому препарату некоторое количество носителей тех катионов, присутствие которых подозревается. Полученную хроматограмму проявляют соответствующими реактивами. Сопоставляя радиоавтограф и бумажную хроматограмму, проявленную химическими реагентами, можно точно определить радиоактивные примеси. Так как методом бумажной хроматографии может быть осуществлено полное разделение всех компонентов, содержащихся в анализируемом препарате, то далее можно определить и количество каждого компонента в отдельности. С помощью счетчика определяется активность каждой радиоактивной зоны. А это дает возможность определить относительное загрязнение препарата каждым радиоактивным изотопом-примесью.

Из всего сказанного вытекает, что методика бумажной радиохроматографии имеет ряд несомненных достоинств по сравнению с другими методами определения радиохимической чистоты радиоактивных изотопов.

Оборудование, материалы и реактивы

1. Чашки Петри.
2. Прибор для получения хроматограмм по способу нисходящего потока (см. рис. 9).
3. Микропипетки. Стеклянные палочки.
4. Стеклянный пульверизатор.
5. Кассеты для рентгеновских пленок*.

* Нужно иметь оборудованную фотокомнату.

6. Счетчик-щуп с набором диафрагм.
7. Хроматографическая бумага и ножницы.
8. Рентгеновские пленки**.
9. Препарат радиоактивного изотопа железа-59 в соединении FeCl_3 с удельной активностью 1 мкК/мл (для исследования).
10. Соли $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ и CoSO_4 — используются в качестве носителей.
11. Растворитель для хроматографирования следующего состава (в объемных процентах): н-бутиловый спирт (бутанол) -40, ацетон-30, соляная кислота (уд. вес 1,19 г/см³) -20, вода-10.
12. Насыщенный раствор роданистого аммония в ацетоне — используется для проявления на бумаге зон железа и кобальта.
13. 1% раствор диметилглиоксима в NH_4OH (25%) — используется для проявления зоны никеля.

Выполнение работы

1. Вырезать из хроматографической бумаги несколько квадратных листов по образцу на рис. 7а для получения круговых хроматограмм и несколько полос по образцу на рис. 7б для получения секторно-одномерных хроматограмм.
2. Для хроматографирования взять два радиоактивных раствора: первый — исходный раствор FeCl_3 , второй — исходный раствор FeCl_3 с добавкой носителей. Для получения второго раствора к исходному раствору FeCl_3 добавить по 10 мг солей $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ и CoSO_4 в расчете на 1 мл раствора. Целесообразно приготовить небольшое количество этого раствора, например, 1—2 мл.
3. Нанести с помощью микропипетки на подготовленные листки хроматографической бумаги (места нанесения указаны на рис. 7а и 7б) пробы радиоактивных растворов объемом по 0,01 мл. Подсушить на воздухе нанесенные пробы раствора.
4. Налить на дно чашек Петри по 20 мл растворителя для хроматографирования. Квадратные листки положить на чашку Петри, опустив в растворитель фитиль и закрыть чашки такими же чашками. Хроматографирование продолжается около 2 часов. За это время фронт растворителя на бумаге дойдет до края чашки.

** Указания по хранению и обработке рентгеновских пленок прилагаются к их упаковке.

5. Подготовить к опыту прибор для получения нисходящих хроматограмм (см. рис. 9). Установить в верхней части цилиндрического (вегетационного) сосуда ванночку — желобок. Налить в нее 10 мл растворителя для хроматографирования. Поместить в желобок вырезанный фигурный конец полосы бумаги, закрепив его в ванночке с помощью предметного стекла. На дно сосуда следует также налить несколько мл растворителя с тем, чтобы пространство сосуда-камеры было насыщено парами растворителя. Закрывать сосуд сверху стеклом. Для герметизации камеры место соединения стекла и сосуда замазать пластилином или вазелином.

Хроматографирование продолжается 12—15 часов. За это время фронт растворителя должен пройти расстояние около 25 см.

6. После окончания хроматографирования листки и полосы высушивают под тягой на воздухе, а затем кладут в кассеты с рентгеновской пленкой. Закладка хроматограмм в кассеты с рентгеновской пленкой производится в фотокомнате. Экспозиция бумажных радиохроматограмм на рентгеновской пленке — 20 часов.

7. Приготовить проявитель и закрепитель. Проявить рентгеновские пленки. Эта операция также проводится в фотокомнате. После того, как пленки будут хорошо промыты водой, высушить их на воздухе.

8. Проявить бумажные хроматограммы химическими реактивами. Для этого хроматограммы закрепляются кнопками на деревянной рамке и опрыскиваются из пульверизатора сначала насыщенным раствором роданистого аммония в ацетоне, который проявляет зоны железа и кобальта: зона железа будет иметь красно-бурый цвет, кобальта — голубой.

Зона никеля должна находиться под зоной кобальта, но она не проявляется роданистым аммонием. После подсушивания бумаги осторожно обрабатывают хроматограмму под голубой зоной кобальта аммиачным раствором диметилглиоксима, применяя для этого кисточку или стеклянную палочку. Проявленная зона никеля будет иметь светло-розовую окраску.

9. Подсушив проявленные хроматограммы, сопоставляют их с радиоавтографами, и этим самым выясняют состав радиоактивных примесей.

10. Определить коэффициенты R_f для ионов железа, никеля и кобальта.

11. Провести радиометрическое исследование одной из

секторноодномерных хроматограмм (лучше взять непроявленную хроматограмму). Вдоль полоски нанести деления через каждые 0,5 см и далее с помощью счетчика-щупа с диафрагмой 0,5 см исследовать распределение радиоактивности вдоль полоски. По результатам измерений построить график распределения радиоактивных веществ вдоль полоски бумаги. Определить общие активности каждой зоны. Вычислить суммарную активность всех зон, а затем рассчитать относительное загрязнение для каждого обнаруженного радиоактивного изотопа-примеси.

Предлагается самим составить форму записи результатов данного упражнения.

Запись результатов радиометрического исследования бумажных хроматограмм можно производить по форме таблицы 6.

ЛИТЕРАТУРА

1. Г. Сиборг, И. Перлман, Дж. Холлендер. Таблица изотопов, ИИЛ, М., 1956.
2. А. Н. Несмеянов, А. В. Лапицкий, Н. П. Руденко — Получение радиоактивных изотопов. Госхимиздат, М., 1954.
3. С. Е. Бреслер. Радиоактивные элементы. ГИТТЛ, М., 1957.
4. Краткая энциклопедия «Атомная энергия». Гос. научн. изд. «Большая советская энциклопедия», М., 1958.
5. А. Н. Несмеянов, В. И. Баранов, К. Б. Заборенко, Н. П. Руденко, Ю. А. Приселков. Практическое руководство по радиохимии. Госхимиздат, М., 1956.
6. В. И. Спицын, П. Н. Кодочигов, М. М. Голутвина, А. Ф. Кузина, З. А. Соколова. Методы работы с применением радиоактивных индикаторов. Изд. АН СССР, 1955.
7. Сборник практических работ по радиохимии, Изд. ЛГУ, 1956.
8. А. О. Фурман. Практикум по применению изотопов и излучений в сельском хозяйстве. Выпуски I, II и III. Изд. ТСХА, М., 1959, 1960.
9. В. В. Рачинский, А. Г. Трешов, И. В. Колосов, Т. П. Шитт. Практикум по применению изотопов и излучений в сельском хозяйстве. Выпуск IV. Изд. ТСХА, М., 1959.
10. М. С. Цвет. Хроматографический адсорбционный анализ. Избранные работы. Изд. АН СССР, 1946.
11. В. В. Рачинский и Т. Б. Гапон. Хроматография в биологии. Изд. АН СССР, 1953.
12. Хроматографический метод разделения ионов. Сб. статей. ИИЛ, 1949.
13. О. Самуэльсон. Применение ионного обмена в аналитической химии. ИИЛ, 1955.
14. С. Комар. Радиоактивные изотопы в биологии и сельском хозяйстве. ИИЛ, 1957.
15. С. Аронов. Изотопные методы в биохимии. ИИЛ, 1959.
16. И. Е. Старнк. Основы радиохимии. Изд. АН СССР, 1959.

РАБОТА № 3

МЕТОД ИЗОТОПНОГО РАЗВЕДЕНИЯ

Введение

При проведении химических анализов часто возникает задача определения абсолютного количества вещества, входящего в состав сложной многокомпонентной системы.

Однако решение такой задачи с помощью классических методов химического анализа, как правило, сопряжено со значительными трудностями при разделении смеси веществ и количественном выделении в чистом виде определяемого вещества. Следует отметить также, что не всегда удается выделить индивидуальное вещество из сложной смеси, не разрушив его. Это имеет место, например, при анализе многих органических соединений в биохимических исследованиях.

При решении указанной выше задачи иногда целесообразно применять метод изотопного разведения. Рассмотрим сущность этого метода.

Пусть в анализируемом растворе в смеси с другими веществами содержится интересующее нас вещество. Вес этого вещества P_x является неизвестной величиной и его нужно определить. Для проведения анализа приготовим пробу стандартного раствора того же самого чистого вещества, помеченного соответствующим радиоактивным изотопом. Пусть общая активность этого раствора равна A , а вес меченого вещества P_0 . Тогда удельная активность меченого вещества в стандартном растворе будет $a_0 = \frac{A}{P_0}$.

Если приготовленную пробу стандартного раствора смешать с анализируемым раствором, то произойдет «изотопное разведение» радиоактивного индикатора, так как к носителю с весом P_0 в стандартном растворе прибавится носитель весом P_x в анализируемом растворе. Но общая активность смешанных растворов останется прежней, равной A .

Поэтому мы имеем:

$$A = P_0 a_0 = (P_0 + P_x) a \quad (13)$$

где a — удельная активность меченого вещества после смешения растворов.

Из уравнения (13) получаем следующую формулу для определения неизвестной величины P_x :

$$P_x = P_0 \left(\frac{a_0}{a} - 1 \right) \quad (14)$$

Таким образом, весь анализ сводится к определению удельных активностей a_0 и a .

Преимущество метода изотопного разведения по сравнению с другими методами заключается в том, что для определения удельной активности вещества достаточно выделить с помощью любого подходящего способа только часть определяемого вещества, а не все вещество полностью.

Метод изотопного разведения особенно ценен, когда в анализируемой смеси присутствуют вещества, близкие по своим свойствам к определяемому, например, элементы-химические аналоги, редкие земли, органические соединения, составляющие гомологические ряды и т. д.

Метод изотопного разведения может использоваться в биохимии, агрохимии и почвоведении при анализе растительных вытяжек, почвенных растворов и т. п.

УПРАЖНЕНИЕ

Количественное определение йода методом изотопного разведения

В данном упражнении ставится задача количественного определения йода в присутствии иона хлора. В качестве радиоактивного индикатора используется изотоп йода-131.

Выделение йода из раствора производится методом осаждения (осадитель — AgNO_3). Если осаждение йода производить при недостатке осадителя, то вследствие резких различий в произведениях растворимостей осадков AgI и AgCl (произведения растворимостей равны $1,5 \cdot 10^{-16}$ и $1,6 \cdot 10^{-10}$ соответственно), из раствора будет выделяться только осадок AgI .

Для того, чтобы полностью исключить какое-либо осаждение хлора при осаждении йода, рекомендуется добавление

аммиака, так как в его присутствии AgCl растворяется с образованием растворимого аммиачного комплекса $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2]\text{Cl}$, в то время как AgJ в избытке аммиака нерастворим. Константа нестойкости аммиачного комплекса на много порядков выше произведения растворимости AgJ . Поэтому в при-

сутствии ионов йода концентрация этого комплекса будет ничтожно мала, и практически все серебро будет связано с эквивалентным количеством йода, образуя осадок AgJ .

Из сказанного ясно, что в данном примере мы как раз имеем дело со случаем, когда по условиям анализа из раствора выделяют только часть анализируемого вещества.

Сущность опыта будет заключаться в следующем.

Приготавливают титрованный раствор йодистого натрия с заданной удельной активностью меченого йода. Берут порцию этого раствора и смешивают ее с анализируемым раствором, содержащим неизвестное количество йода в присутствии хлора. К полученному смешанному раствору добавляют еще избыток аммиака.

В определенный объем титрованного раствора и в такой же объем смешанного раствора вводят одинаковые количества осадителя AgNO_3 и получают, таким образом, одинаковые по весу радиоактивные осадки AgJ^* .

Для измерения активности выделенных осадков необходимо из них приготовить стандартные радиоактивные препараты. Для этого служит специальный фильтровальный прибор (рис. 15), с помощью которого получают радиоактивные

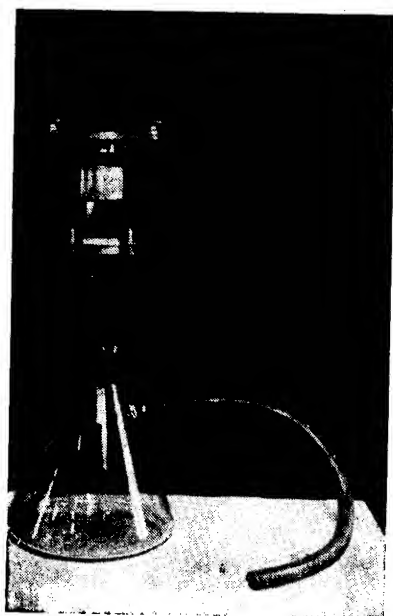


Рис. 15. Фильтровальный прибор для получения стандартных препаратов радиоактивных осадков. Листок фильтровальной бумаги плотно зажимается между плексигласовым фильтром и стеклянным цилиндром. Жидкость, содержащую суспензию радиоактивного осадка, наливают в стеклянный цилиндр. Фильтрация идет под вакуумом.

препараты одинакового диаметра и одинаковой толщины (вес осадков одинаков!).

Содержащееся в формуле (14) отношение удельных активностей йода в стандартном растворе и в анализируемом растворе (обозначим его через α) может быть экспериментально определено как отношение активностей, полученных указанным выше способом стандартных радиоактивных препаратов осадков AgJ^* :

$$\alpha = \frac{a_0}{a} = \frac{x_0}{x}, \quad (15)$$

где x_0 — активность осадка выделенного из стандартного раствора, x — активность осадка, выделенного из «изотопно разведенного» раствора.

Оборудование и реактивы

1. Противень, покрытый фильтровальной бумагой.
2. Защитный экран из свинцового стекла и набор дистанционных инструментов. Изотоп йод-131 является гамма-излучателем!
3. Фарфоровая кружка для радиактивных отходов.
4. Бюретки.
5. Пипетки с шприцем.
6. Химические стаканчики на 150 мл.
7. Стеклянные палочки.
8. Промывалка с грушей.
9. Электроплитка.
10. Фильтровальный прибор для получения стандартных радиоактивных осадков (рис. 15):
11. Капельница со спиртом (для подсушки осадка AgJ^* на фильтре) и 1% раствор плексигласа в дихлорэтаноле (для закрепления осадка AgJ^* на фильтре).
12. Чашка Петри для переноски радиоактивных препаратов.
13. Водоструйный насос с предохранительной склянкой.
14. Счетная установка Б-2.
15. Подложка из плексигласа для закрепления препаратов под торцовым счетчиком.
16. Радиоактивный препарат йода-131 в соединении NaJ с удельной активностью раствора около 0,1 мкК/мл и концентрацией йода $< 0,1$ мг/мл.

17. Растворы: NH_4NO_3 (2 н. и твердая соль), NH_4OH (10%), NaJ (0,05 н) и AgNO_3 (0,05 н).

18. Анализируемый раствор смеси NaJ и NaCl .

Выполнение работы

1. Внести из бюретки 10 мл титрованного раствора NaJ (0,05 н) в химический стаканчик.

2. Прибавить 2 мл NH_4NO_3 и 1 мл радиоактивного раствора NaJ^* .

3. Осадить йод титрованным раствором AgNO_3 (0,05 н), взяв по каплям из бюретки точно 5 мл этого раствора. При получении стойких мелкокристаллических суспензий AgJ^* следует добавить в стаканчик несколько кристалликов NH_4NO_3 , осторожно помешивая суспензию. Нагреть раствор с осадком до тех пор, пока не произойдет полная коагуляция осадка. Дать осадку отстояться.

4. С помощью фильтровального прибора (рис. 15) получить стандартный радиоактивный препарат осадка AgJ^* по следующей методике.

Проверяют исправность прибора и подготавливают его к работе. Для этого фильтровальный прибор подключают к водоструйному насосу через предохранительную склянку. Фильтрование осадков производят через 3-слойный бумажный фильтр («голубая лента»). Перевод осадка из стаканчика на бумажный фильтр производится в следующем порядке: сначала небольшими порциями фильтруется маточный раствор; затем осадок заливают раствором NH_4NO_3 , и суспензию фильтруют также небольшими порциями; стаканчик тщательно промывают раствором NH_4NO_3 , добиваясь полного перенесения осадка на бумажный фильтр. Далее через осадок на фильтре пропускают несколько мл спирта для просушивания осадка. Снимать бумажный фильтр с осадком нужно очень аккуратно пинцетом с тем, чтобы не разрушить препарат и не оставить осадок на краях стеклянного цилиндра фильтровального прибора. Полученный на фильтре осадок закрепляют каплей раствора плексигласа в дихлорэтано.

5. Поместить в стаканчик 10 мл анализируемого раствора смеси NaJ и NaCl .

Примечание. Для осаждения йода будет взято такое же количество осадителя, как и в п. 3 (5 мл 0,05 н AgNO_3). Как было указано выше, осаждение йода должно произойти в этом случае при недостатке осадителя. Поэтому анализируемый раствор должен удовлетворять следующему условию: количество йода в нем должно быть больше 0,25 мг-экв (5 мл \times 0,05 мг-экв/мл).

Таблица 8

Измерение активности осадков AgJ*

Дата измерения:

Тип установки: № установки:

Тип счетчика: № счетчика:

 $V_n = \dots \text{в}; V_p = \dots \text{в}; k = \dots$ Фон счетчика $N_\phi = \dots$ имп/мин.Время измерения фона счетчика $t_\phi = \dots$ мин.

№№	Время измерения t мин.	Показания счетчика a (b)	$n = ak + b$	$N = \frac{n}{t}$	$N - N_\phi$	Абсолютные ошибки*
1					$x_0 = \dots$	$\Delta x_0 = \dots$
2					$x = \dots$	$\Delta x = \dots$

* Абсолютные ошибки Δx_0 и Δx рассчитать по формуле статистической ошибки:

$$D = \sqrt{\frac{N}{t} + \frac{N_\phi}{t_\phi}}$$

Окончательный результат измерений:

 $x_0 = \dots \pm \dots$ имп/мин. $x = \dots \pm \dots$ имп/мин.

Вычисления:

$$a = \frac{a_0}{a} = \frac{x_0}{x} = \dots$$

 $P_0 = \dots \pm \dots$ мг-экв. $P_x = P_0(a-1) = \dots$ мг-экв.

Относительная ошибка результата опыта:

$$\delta = \frac{\Delta P_x}{P_x} = \frac{\Delta P_0}{P_0} + \frac{\Delta a}{a-1} = \frac{\Delta P_0}{P} + \frac{x \cdot \Delta x_0 + x_0 \Delta x}{x^2(a-1)} = \dots$$

Абсолютная ошибка результата опыта:

$$\Delta P_x = \delta \cdot P_x = \dots$$
 мг-экв.

Окончательный результат опыта:

$$P_x = \dots \pm \dots$$
 мг-экв.

Прибавить к анализируемому раствору 2 мл NH_4NO_3 (2н), 2 мл NH_4OH (10%) и 1 мл радиоактивного раствора NaJ . Нагреть раствор до $70-80^\circ$ и осадить часть йода точно 5 мл титрованного раствора AgNO_3 (0,05н). Приготовление радиоактивного препарата осадка производят так же, как указано в п. 4.

6. Измерить счетчиком активность полученных радиоактивных препаратов. Для этого фильтровальный листок с закрепленным на нем осадком помещают на специальную плексигласовую подложку с зажимом. Позиция подложки выбирается такой, чтобы скорость счета не превышала 3000 имп/мин. Результаты измерений активности записать в таблицу 8.

7. Вычислить отношение активностей препаратов x_0/x и, пользуясь соотношением (15), по формуле (14) вычислить в мг-экв количество йода в анализируемом растворе.

Рассчитать относительную и абсолютную ошибки результата опыта. Результаты всех вычислений также записать в таблицу 8.

Задача

Определить количество фосфора в питательном растворе в вегетационном сосуде, если в сосуд добавлен 1 г $\text{NaNH}_2\text{P}^*\text{O}_4$ с общей активностью 10 000 имп/мин. Из раствора выделен 0,1 г фосфора в виде осадка фосфорнокислой аммонийно-магниевой соли $\text{MgNH}_4\text{P}^*\text{O}_4$.

Активность осадка оказалась равной 500 имп/мин.

Ответ: В анализируемом питательном растворе содержится 1,75 г фосфора.

ЛИТЕРАТУРА

1. Ан. Н. Несмеянов, В. И. Баранов, К. Б. Заборенко, Н. П. Руденко, Ю. А. Присе л ков—Практическое руководство по радиохимии. Госхимиздат. М., 1956.
2. В. И. Спицын, П. Н. Кодочигов, М. М. Голутвина, А. Ф. Кузина, З. А. Соколова—Методы работы с применением радиоактивных индикаторов. Изд. АН СССР, 1955.
3. Сборник практических работ по радиохимии. Изд. ЛГУ, 1956.
4. Использование радиоактивности при химических исследованиях. ИИЛ, 1954.
5. В. В. Рачинский, А. Г. Трещов, И. В. Колосов Т. П. Шитт—Практикум по применению изотопов и излучений в сельском хозяйстве. Выпуск IV. Изд. ТСХА, М., 1959.
6. С. Комар—Радиоактивные изотопы в биологии и сельском хозяйстве. ИИЛ, 1957.
7. С. Аронов—Изотопные методы в биохимии. ИИЛ, 1959.
8. И. Е. Старик—Основы радиохимии. Изд. АН СССР, 1959.

РАБОТА № 4

МЕТОД РАДИОМЕТРИЧЕСКОГО ТИТРОВАНИЯ

Метод радиометрического титрования является одним из новых методов объемного химического анализа.

При проведении анализа обычным титрованием одна из трудностей, снижающих иногда, точность анализа, заключается в определении эквивалентной точки титрования (ЭТТ). Для более объективного и точного определения ЭТТ может быть использован метод радиоактивных индикаторов.

Сущность метода радиометрического титрования заключается в том, что титрование анализируемого раствора ведут в присутствии радиоактивного индикатора. В процессе титрования активность раствора будет изменяться пропорционально вносимому в раствор количеству осадителя (или другого реагента, применяющегося для титрования). В момент, когда все анализируемое вещество прореагирует, дальнейшее изменение активности практически прекращается. Точка перелома кривой титрования как раз и соответствует ЭТТ.

В зависимости от того, где находится радиоактивный индикатор — или в титрованном растворе осадителя, или в растворе исследуемого соединения, или в том и другом, — характер кривой радиометрического титрования будет различным. Рассмотрим в связи с этим три случая радиометрического титрования.

1) Если радиоактивный индикатор находится в титрованном растворе осадителя, то активность раствора после прибавления каждой порции осадителя, вследствие перехода радиоактивного индикатора в осадок, сначала будет примерно постоянной. Уровень активности при этом будет определяться растворимостью получающегося осадка. Так будет происходить до тех пор, пока не будет достигнута эквивалентная точка титрования. После достижения ЭТТ активность раствора начнет резко увеличиваться пропорционально введенному количеству титрованного раствора. Получающаяся

в этом случае кривая радиометрического титрования имеет вид, показанный на рис. 16. По объему израсходованного раствора осадителя для достижения ЭТТ легко определяется количество анализируемого соединения.

2) Если радиоактивный индикатор находится в растворе анализируемого соединения, а титрованный раствор осадителя неактивен, то активность раствора в процессе титрования будет вначале уменьшаться пропорционально количеству введенного осадителя. После достижения эквивалентной точки титрования активность раствора перестает практически изменяться. Остаточная активность раствора будет определяться растворимостью полученного осадка. Кривая радиометрического титрования для этого случая показана на рис 17.

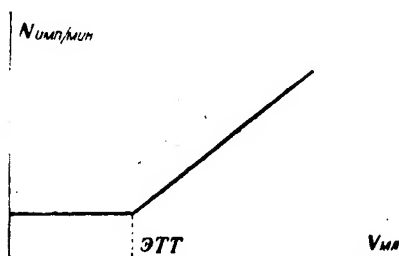


Рис. 16

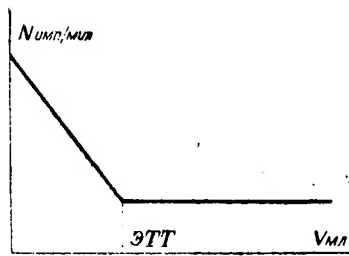


Рис. 17

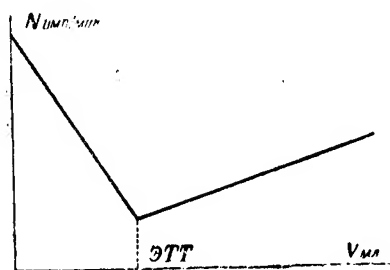


Рис. 18

3) Наконец, если радиоактивный индикатор введен и в титрованный и в анализируемый растворы, то кривая радиометрического титрования будет иметь вид, показанный на

рис. 18. ЭТТ здесь также определяется как точка перелома кривой радиометрического титрования.

Метод радиометрического титрования позволяет определить с помощью радиоактивного фосфора-32 магний, кальций и другие элементы, образующие нерастворимые фосфаты, с помощью радиоактивного серебра-110 галогениды и другие элементы, дающие осадки с серебром и т. д.

Являясь одной из разновидностей объемного анализа, метод радиометрического титрования в ряде случаев имеет преимущества перед обычными методами титрования с применением химических индикаторов. Благодаря применению радиометрического титрования, иногда удается получить большую точность анализа, чем с применением химических индикаторов. Кроме того, бывают случаи, когда не удается подобрать нужный индикатор для установления ЭТТ. Метод радиометрического титрования предоставляет часто экспериментатору больше удобств в работе, чем применение методов весового анализа, связанных с длительным вызреванием осадков, декантацией, фильтрованием, промыванием, прокаливанием и доведением осадков до постоянного веса.

Радиометрическое титрование не обязательно проводить способом получения осадков. Можно применять реагенты, дающие растворимые соединения. При этом продукт реакции может быть экстрагирован несмешивающимся с водой растворителем и тогда следят за ходом изменения активности экстракта. Так можно определить микроэлементы Zn , Hg и др. раствором дитизона с экстрагированием образующихся дитизонатов хлороформом.

Точность метода радиометрического титрования зависит от скорости и полноты протекания реакции согласно ее стехиометрическому уравнению, побочных реакций между анализируемым веществом и реагентом, адсорбционных явлений и радиоактивных примесей в применяемом радиоактивном препарате и т. д.

Следует также напомнить о необходимости строгого соблюдения стандартизации радиометрических измерений.

Для проведения радиометрического титрования может быть использован прибор, схема которого показана на рис. 19.

Анализируемый раствор помещается в химический стакан А. Туда же вносится некоторая индикаторная доза радиоактивного изотопа. В раствор погружается фильтр Б, соединенный с двухходовым краном В. Далее идет кольце-

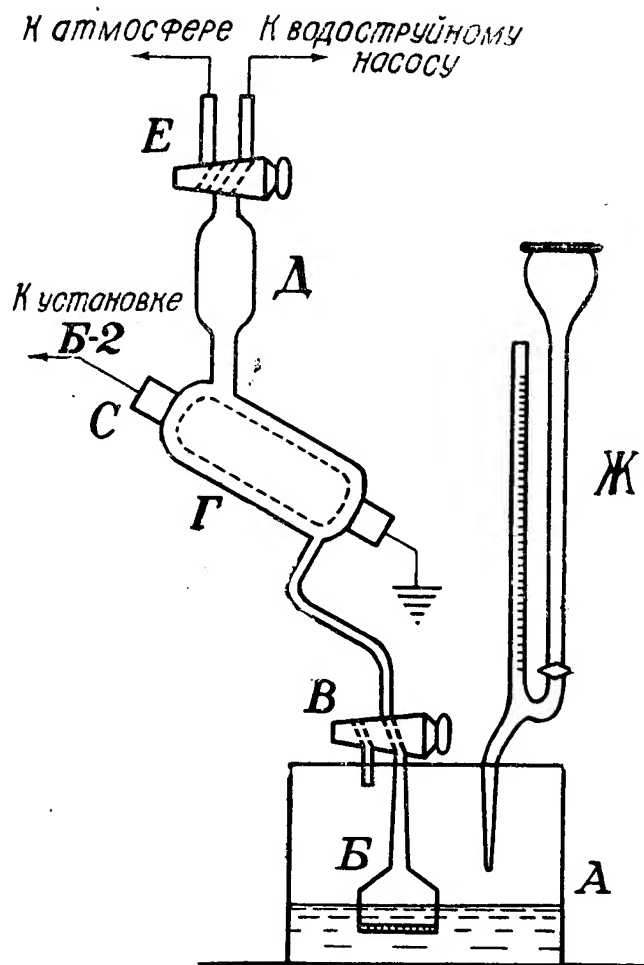


Рис. 19. Схема прибора для радиометрического титрования. Обозначение: А — стакан с раствором, Б — фильтр, В — двухходовой кран, Г — кольцевой сосуд-кювета, С — счетчик, Д — предохранительный сосуд, Е — двухходовой кран, Ж — микробюретка.

вой сосуд-кювета, через полость которой проходит цилиндрический счетчик С. Кювета Г далее подсоединяется к предохранительному сосуду Д, на конце которого также имеется двухходовой кран Е, имеющий выходные каналы к атмосфере и к водоструйному насосу. Над стаканом А устанавливается также бюретка с титрованным раствором. Для перемешивания раствора иногда устанавливают мешалку (например магнитную мешалку).

Принцип работы с таким прибором заключается в следующем.

Вводят в анализируемый раствор строго определенную порцию титрованного раствора и перемешивают раствор с выделяющимся осадком. Иногда для ускорения образования осадка в раствор вносят кристаллики соли — осадка (так называемая «затравка»). Затем через фильтр Б с помощью водоструйного насоса засасывают радиоактивный раствор в кольцевой сосуд Г и измеряют скорость счета без поправки на фон счетчика. Далее поворотом кранов Е и В кольцевой сосуд Г соединяют с атмосферой, и засосанный раствор из кольцевого сосуда Г переливается обратно в стакан А. Такая процедура проводится после введения каждой порции титрованного раствора. Далее по результатам измерений строят кривую радиометрического титрования.

Отметим, что основным признаком точности радиометрического титрования является получение кривых радиометрического титрования в виде ломаных линий (см. рис. 16—18). Если кривые радиометрического титрования имеют плавный ход, то это является признаком наличия каких-то побочных процессов, снижающих или делающих невозможным применение данного метода.

УПРАЖНЕНИЕ

Количественное определение фосфора методом радиометрического титрования

Для анализа дается раствор фосфора с неизвестной концентрацией. Требуется применить метод радиометрического титрования для определения общего количества фосфора в данном растворе.

В качестве радиоактивного индикатора берется фосфор-32 который вводится в анализируемый раствор. Титрование про-

водят неактивным раствором $MgSO_4$. Таким образом в данном случае должна получиться кривая радиометрического титрования, показанная на рис. 17.

Оборудование и реактивы

1. Противень, покрытый фильтровальной бумагой.
2. Защитный экран из плексигласа.
3. Прибор для радиометрического титрования (комплект).
4. Водоструйный насос.
5. Счетчик галогенный для измерения жесткого бета-излучения и установка Б-2.
6. Пипетка со шприцем.
7. Электрическая плитка.
8. Анализируемый раствор какой-либо фосфорной соли.
9. Препарат радиоактивного фосфора-32 ($NaH_2P^{*}O_4$) с удельной активностью раствора около 1 мкК/мл с содержанием фосфора менее 0,1 мг P_2O_5 .
10. Растворы: $MgSO_4$ (0,1н), NH_4Cl (10%), NH_4OH (10%).

Выполнение работы

1. Подготовить к работе прибор для радиометрического титрования и счетную установку Б-2.

Особое внимание обратить на надежную работу двухходовых кранов. Перед началом работы еще раз проверить работу счетной установки.

Рекомендуется предварительно потренироваться в работе с прибором без применения радиоактивного изотопа.

2. В стакан А (см. рис. 19) ввести 10—20 мл анализируемого раствора и добавить до $\frac{1}{3}$ объема стакана раствор NH_4Cl и несколько мл NH_4OH до запаха аммиака.

3. В стакан ввести 1 мл радиоактивного раствора с фосфором-32. Тщательно все перемешать.

4. С помощью водоструйного насоса набрать в кольцевой сосуд-кювету Г (см. рис. 19) строго определенный объем раствора из стакана А. Для этого следует сделать метку на предохранительном сосуде Д. Измерить скорость счета, создаваемую радиоактивным раствором до титрования.

Указание: Скорость счета должна быть около 10 000 имп/мин. Если скорость счета окажется меньше этой величины, то внести в стакан соответственно еще несколько миллилитров радиоактивного раствора.

работы повторяется до тех пор, пока активность раствора не станет примерно постоянной. Результаты измерений записывают в таблицу 9.

9. Построить график радиометрического титрования. По кривой радиометрического титрования определить ЭТТ и рассчитать количество фосфора в мг P_2O_5 в анализируемом растворе.

Указание: Радиометрическое титрование проводят за экраном из плексигласа с соблюдением всех правил техники безопасности. После работы прибор для радиометрического титрования промывают теплой водой, подкисленной HCl , а затем раствором фосфата (изотопный вытеснитель для дезактивации). Для этого нужно с помощью водоструйного насоса многократно забирать промывные растворы в кольцевой сосуд-кювету Г и верхний сосуд Д. Стаканчик с радиоактивным раствором и осадком сдать лаборанту.

ЛИТЕРАТУРА

1. В. И. Спицин, П. Н. Кодочигов, М. М. Голутвина, А. Ф. Кузина, З. А. Соколова—Методы работы с применением радиоактивных индикаторов. Изд. АН СССР, 1955.
2. Сборник практических работ по радиохимии. Изд. ЛГУ, 1956.
3. A. Langer. J. Phys. Chem., 45, 639, 1941.
4. Меллер, Террил, Сил—Радиометрические методы анализа питьевой воды. Материалы международной конференции по мирному использованию атомной энергии, состоявшейся в Женеве 8—20 августа 1955 г. Том 15. Объединенные нации. Издание Машгиз, М., 1957.
5. В. В. Рачинский, А. Г. Трещов, И. В. Колосов, Т. П. Шитт. Практикум по применению изотопов и излучений в сельском хозяйстве. Выпуск IV. Изд. ТСХА, 1959.
6. И. Е. Старик. Основы радиохимии. Изд. АН СССР, 1959.

РАБОТА № 5

ИЗУЧЕНИЕ ИЗОТОПНОГО ОБМЕНА

Введение

В природе в результате молекулярно-теплового движения, атомно-молекулярных взаимодействий и внутримолекулярных движений непрерывно происходят самопроизвольные процессы обменного обновления атомно-молекулярного состава среды. При этом такие процессы не сопровождаются какими-либо изменениями химического состава или химических свойств среды. Если в составе среды все химические элементы или некоторые из них представлены несколькими изотопами, то этот процесс обменного обновления атомно-молекулярного состава среды протекает с участием изотопов.

Существование такого рода обменных процессов предсказывалось давно. Так, например, еще Д. И. Менделеев в 1886 году писал: «Если даны частицы АВ и АВ, то А из первой может переходить во вторую частицу и обратно» и далее: «...в состоянии химической неизменяемости уже существует обмен между однородными атомами однородных частиц, в таком же почти виде, как между разнородными атомами разнородных частиц»*.

Однако экспериментально обнаружить эти процессы удалось лишь после открытия изотопии химических элементов.

Уже в ранних исследованиях по химии естественно-радиоактивных элементов был обнаружен медленный обмен ионов решетки природных минералов с изотопными ионами того же элемента, находящимися в водных растворах. Этот эффект, обнаруженный впервые Панетом, был назван в дальнейшем изотопным обменом.

С тех пор, когда благодаря применению метода меченых атомов стало возможным проследивать физико-химический

* Д. И. Менделеев, ЖРХО, 18, 8, 1886.

путь атомов и молекул, процессы обменного обновления атомно-молекулярного состава различных систем стали доступны прямому исследованию.

Мы дадим самое широкое толкование понятию процессов изотопного обмена.

Процессы изотопного обмена — это процессы самопроизвольного обменного обновления изотопного состава различных фаз и различных химических форм, протекающие в любых системах и при любых условиях, но не приводящие к каким-либо изменениям химического состава или химических свойств системы.

В зависимости от выбранного признака, характеризующего процессы изотопного обмена, можно дать различную классификацию процессов изотопного обмена. Если в качестве классификационного признака взять природу, механизм процесса в самом широком понимании, то можно условно выделить два главных типа изотопного обмена: **физический и химический.**

Физический изотопный обмен обусловлен чисто физическими процессами, такими как молекулярная диффузия, испарение и конденсация и т. д.

Химический изотопный обмен — это такой обмен, который происходит путем разнообразных химических реакций. На основе изучения химического изотопного обмена была воочию вскрыта поразительная картина непрерывного динамического обновления атомного и изотопного состава многих химических форм и соединений. На той же основе была развита новая отрасль химии, получившая название **химии изотопов**. Благодаря применению метода меченых атомов были разработаны изотопные методы изучения химических реакций.

В зависимости от того, где и в каких системах происходит изотопный обмен, можно различать **гетерогенный (межфазный) и гомогенный (внутрифазный)** изотопный обмен. Можно также различать **межмолекулярный и внутримолекулярный** изотопный обмен.

В зависимости от того, какие частицы участвуют в изотопном обмене, можно различать следующие случаи изотопного обмена: **атомный, ионный, молекулярный, обмен радикалов.**

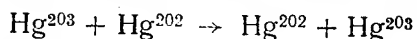
Если изотопный обмен происходит путем прямого обмена частиц, то такой обмен будем называть **прямым** изотопным обменом. Однако в некоторых случаях прямой обмен частиц или не ведет к изменению изотопного состава раз-

личных химических форм, или просто невозможен. Тогда изотопный обмен осуществляется через косвенные механизмы. Такой изотопный обмен будем называть **косвенным**.

Приведем ряд примеров изотопного обмена.

Пример 1. Изотопный обмен жидкой ртути
с ее парами

Если привести в соприкосновение жидкую ртуть, помеченную радиоактивным изотопом ртути-203, с парами обычной нерадиоактивной ртути, то через некоторое время можно легко обнаружить появление радиоактивности в парах и уменьшение ее в жидкости. Это свидетельствует о существовании изотопного обмена между жидкостью и паром:



жидкость пар жидкость пар

Механизм этого процесса чисто физический — происходит испарение и конденсация атомов ртути.

Таким образом, в данном примере мы имеем дело с изотопным обменом, который является физическим, гетерогенным, атомным.

Пример 2. Изотопный обмен углерода
между бензолом и его парами

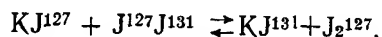
Используя бензол, меченный углеродом-14 или углеродом-13, можно показать существование изотопного обмена углерода между жидким и кристаллическим бензолом. При этом сказывается, что никакого перемещения атомов углерода С или групп СН между разными молекулами нет. Переходят из одной фазы в другую только целые молекулы.

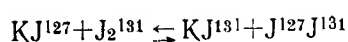
Таким образом, здесь также имеет место физический, гетерогенный изотопный обмен, но в отличие от предыдущего примера молекулярного характера.

Переходим к примерам изотопного обмена химического типа.

Пример 3. Изотопный обмен иодистого калия
с парами йода

При пропускании паров йода, меченного изотопом йода-131, через кристаллики КJ происходит изотопный обмен, который можно изобразить следующими уравнениями:

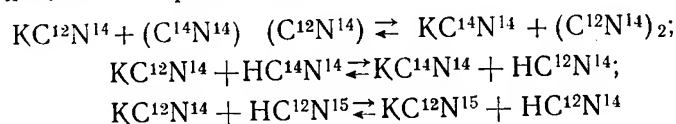




В данном примере изотопный обмен может быть охарактеризован как химический, гетерогенный, атомный.

Пример 4. Изотопный обмен углерода или азота между KCN и (CN)₂ и между KCN и HCN

Используя меченые соединения (CN)₂ или HCN, находящиеся в газообразной фазе, можно обнаружить реакции изотопного обмена углерода и азота между этими соединениями и KCN в твердой фазе:



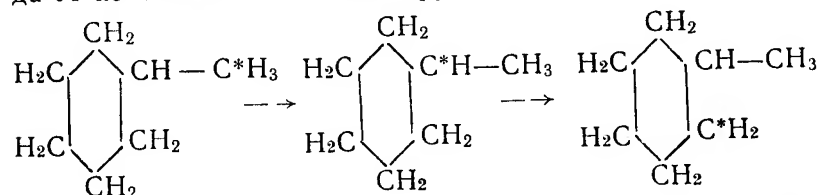
и другие варианты реакций.

Во всех этих случаях происходит обмен двухатомных радикалов CN или ионов (CN)⁻.

Это также пример химического, гетерогенного изотопного обмена, обусловленного обменом радикалов и ионов.

Пример 5. Изотопный обмен углерода в метилциклогексане

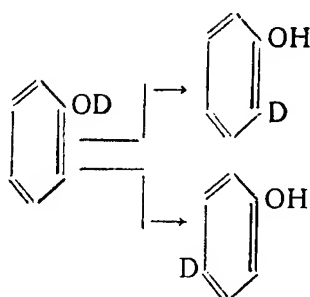
При исследовании метилциклогексана, меченного углеродом-14 в боковой группе, был обнаружен переход углерода-14 из боковой метильной группы в цикл:



Это пример внутримолекулярного изотопного обмена. Процессы внутримолекулярного обмена нелегко бывает отличить от межмолекулярного.

Пример 6. Водородная перегруппировка фенола

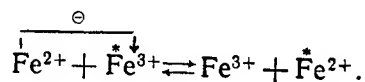
При изучении фенола, меченного дейтерием в гидроксильной группе, был обнаружен переход дейтерия в другие положения бензольного кольца:



Оказалось, что этот переход дейтерия является медленным межмолекулярным обменом, идущим с участием двух молекул.

Пример 7. Изотопный обмен между хлорным и хлористым железом

Если приготовить смешанный раствор из хлорного железа, содержащего радиоактивный изотоп железа-55, и из нерадиоактивного хлористого железа, а затем через некоторое время произвести каким-либо методом разделение двух химических форм железа, то можно обнаружить уменьшение радиоактивности у трехвалентного железа и появление ее у двухвалентного железа. С внешней стороны здесь произошел как бы переход радиоактивного изотопа из одной химической формы в другую. Но так как система является гомогенной и все ионы железа равномерно перемешаны во всем объеме раствора, то прямой обмен ионами железа не может, конечно, изменить распределения изотопов между двумя химическими формами. Появление радиоактивности у двухвалентного железа в данном случае является следствием только одного процесса — химического превращения трехвалентного радиоактивного иона железа в двухвалентный ион путем передачи одного электрона от двухвалентного иона к трехвалентному иону. Схематически этот процесс можно выразить уравнением:

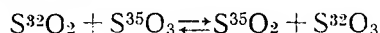


Изотопный обмен в этом примере является химическим, гомогенным, но имеет косвенный характер и по механизму обусловлен переходом электронов.

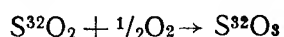
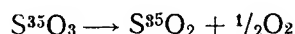
Пример 8. Изотопный обмен между двуокисью и трехокисью серы

Интересный случай косвенного изотопного обмена представляет изотопный обмен в смеси сернистого и серного ангидрида, который можно обнаружить, используя изотоп серы-35.

Реакция изотопного обмена может быть записана в виде следующего уравнения:



В такой смеси не только атомы серы, но и радикалы SO отсутствуют. Прямой обмен между S^{32} и S^{35} при молекулярных столкновениях маловероятен. В действительности, идет обратимая реакция переноса кислорода:



Рассмотренные примеры изотопного обмена являются случаями простейших механизмов изотопного обмена. В реальных условиях часто идут процессы изотопного обмена благодаря сочетанию многих механизмов. Могут быть случаи, когда одновременно или в той или иной последовательности происходят электронные переходы, обмен и переходы атомов, ионов и более сложных частиц.

С кинетической и термодинамической точек зрения следует различать **неравновесный** и **равновесный** изотопный обмен.

Неравновесный изотопный обмен будет иметь место тогда, когда в различных химических формах и фазах системы имеются различия в изотопном составе химических элементов. В этом случае в соответствии со вторым принципом термодинамики будет происходить самопроизвольный процесс, направленный к выравниванию изотопного состава химических форм и фаз системы. И если бы не было никаких различий в термодинамических и кинетических константах изотопов одного и того же химического элемента, то этот процесс шел бы до конца. Однако вследствие существования небольших различий в свойствах изотопов одного и того же химического элемента этот процесс выравнивания изотопного состава идет не до конца. Устанавливается некоторое термодинамическое равновесное распределение изо-

топов, лишь близкое к их равномерному распределению между различными химическими формами и фазами.

Изотопный обмен в условиях термодинамического равновесного распределения изотопов называется **равновесным изотопным обменом**.

Небольшие различия в свойствах и поведении изотопов одного и того же элемента получили название **изотопных эффектов**. В данной работе мы не будем рассматривать эти эффекты. В силу того, что изотопные эффекты малы, во многих случаях на практике можно ими пренебрегать. Изотопный обмен, при котором предполагается установление равномерного распределения изотопов между химическими формами и фазами, принято называть **идеальным изотопным обменом** в отличие от реального изотопного обмена, при котором равновесное распределение изотопов лишь близко к равномерному распределению, но не совпадает с ним.

Кинетика процессов изотопного обмена определяется совокупностью всех внутренних и внешних условий, в которых находится система. При физическом изотопном обмене скорость изотопного обмена определяется скоростью диффузионных процессов. Гораздо сложнее развивается процесс изотопного обмена при химическом изотопном обмене. Здесь одновременно действуют два кинетических фактора: диффузионная кинетика и химическая кинетика. В некоторых случаях лимитирующим фактором, определяющим скорость изотопного обмена, является скорость диффузии частиц. В других случаях, наоборот, медленной стадией изотопного обмена является химическая реакция изотопного обмена и скорость изотопного обмена будет определяться скоростью химической реакции изотопного обмена.

Расчленив эти два кинетических фактора при их совместном действии практически очень трудно. Таким образом теоретическое описание кинетики изотопного обмена представляет сложную теоретическую проблему.

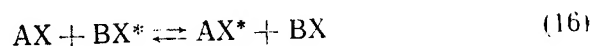
При экспериментальном исследовании кинетики изотопного обмена часто получаются кинетические кривые, имеющие экспоненциальный характер. В некоторых, по-видимому, сложных случаях, экспоненциальный ход кинетики изотопного обмена не соблюдается.

Рассмотрим кратко некоторые наиболее простые результаты теории изотопного обмена.

Пусть имеется два соединения AX и BX^* . В первом соединении содержится немеченый обменный ион X , а во втором — такой же, но меченый ион X^* . Если AX и BX^* привести в контакт в гомогенных или гетерогенных условиях, то в результате реакции изотопного обмена меченый ион X^* начнет переходить в соединение с A , а немеченый — в соединение с B .

В результате этого процесса в системе появятся уже четыре соединения: AX , AX^* , BX и BX^* .

В данном случае мы будем иметь бимолекулярную реакцию изотопного обмена, которую можно записать в виде следующего уравнения:



Введем следующие неравновесные концентрации:

$[AX]_0 = a_0$ — начальная концентрация соединения AX ;
 $[BX^*]_0 = b_0$ — начальная концентрация соединения BX^* ;
 $[AX] = a$ — неравновесная концентрация соединения AX в данный момент времени t , и далее аналогично:

$$[BX^*] = b^*, [AX^*] = a^*, [BX] = b.$$

В силу закона эквивалентности изотопного обмена и закона сохранения вещества должны соблюдаться следующие зависимости между концентрациями:

$$a + a^* = a_0 \quad (17)$$

$$b + b^* = b_0 \quad (18)$$

$$a + b = a_0 \quad (19)$$

$$a^* + b^* = b_0 \quad (20)$$

Из (17–20) вытекает очевидное следствие:

$$a^* = b, \quad (21)$$

физический смысл которого прост — в силу эквивалентности обмена соединения AX^* и BX появляются в системе в эквивалентных количествах.

Предположим, что кинетика изотопного обмена для рассматриваемой реакции (16) является химической.

Используем известные из физической химии правила составления уравнений химической кинетики. Для этого мы прежде всего отметим, что данная реакция является бимоле-

кулярной и обратимой реакцией. Результирующая скорость обратимой реакции образования соединения AX^* должна быть равна разности скоростей прямой и обратной реакций:

$$\frac{da^*}{dt} = \left(\frac{da^*}{dt} \right)_{\text{прям.}} - \left(\frac{da^*}{dt} \right)_{\text{обратн.}} \quad (22)$$

Так как реакция является бимолекулярной, то скорости образования и распада соединения AX^* должны быть пропорциональны концентрациям двух реагирующих соединений. На этом основании имеем:

$$\left(\frac{da^*}{dt} \right)_{\text{прям.}} = k_1 ab^* \quad (23)$$

$$\left(\frac{da^*}{dt} \right)_{\text{обратн.}} = k_2 a^* b, \quad (24)$$

где k_1 и k_2 — константы скорости прямой и обратной реакции соответственно.

Как было указано ранее, изотопными эффектами можно пренебречь и считать, что имеем дело с идеальным изотопным обменом. При таком условии, когда предполагается обмен одинаковых частиц, константы скорости реакции k_1 и k_2 должны быть равны друг другу:

$$k_1 = k_2 = k = \text{const.} \quad (25)$$

Итак, на основании формул (22—25) получим следующее уравнение кинетики изотопного обмена:

$$\frac{da^*}{dt} = k(ab^* - a^*b) \quad (26)$$

Любое уравнение кинетики процесса должно в пределе при $t \rightarrow \infty$ переходить в уравнение равновесия или, как принято называть, в уравнение изотермы процесса.

При достижении равновесия $\frac{da^*}{dt} \rightarrow 0$, а так как $k \neq 0$, то из (26) получаем:

$$a_{\infty} b_{\infty}^* - a_{\infty}^* b_{\infty} = 0 \quad (27)$$

В этом уравнении к концентрациям мы подставили индексы для того чтобы показать, что это будут уже равновесные концентрации в отличие от неравновесных в уравнении (26).

Уравнение изотермы изотопного обмена мы запишем в следующем виде:

$$\frac{a_{\infty}}{a_{\infty}^*} = \frac{b_{\infty}}{b_{\infty}^*} \quad (28)$$

Это же уравнение (28) можно получить и другим путем, исходя из известного закона действующих масс.

Для реакции (16) константа равновесия на основании закона действующих масс будет выражена следующим уравнением:

$$k = \frac{a_{\infty}^* b_{\infty}}{a_{\infty} b_{\infty}^*} \quad (29)$$

Но для идеального изотопного обмена константа равновесия должна быть равна единице: $k = 1$. При этом условии (29) переходит в (28).

Для того, чтобы получить зависимость изменения a^* во времени или, иначе говоря, вывести формулу кинетической кривой, необходимо проинтегрировать уравнение (26).

Предварительно примем следующие пределы интегрирования:

$t = 0$, $a^* = 0$; в момент времени t концентрация $a^* = a_t^*$ (концентрация в данный момент времени). Используя формулы (17), (18) и (21), получим из уравнения (26) следующее:

$$\frac{da^*}{dt} = k[(b_0^* - a^*)(a_0 - a^*) - a^{*2}], \quad (30)$$

откуда после дальнейших алгебраических преобразований:

$$\frac{da^*}{dt} = kb_0^* a_0 \left[1 - \frac{a_0 + b_0^*}{b_0^* a_0} a^* \right] \quad (31)$$

Теперь нужно разделить переменные a^* и t по обеим частям уравнения:

$$\frac{da^*}{1 - \frac{a_0 + b_0^*}{a_0 b_0^*} a^*} = kb_0^* a_0 dt, \quad (32)$$

а затем проинтегрировать уравнение в указанных выше пределах.

Проведем интегрирование подробнее:

$$\frac{-\frac{a_0 b_0^*}{a_0 + b_0^*} d \left(1 - \frac{a_0 + b_0^*}{a_0 b_0^*} a^* \right)}{1 - \frac{a_0 + b_0^*}{a_0 b_0^*} a^*} = k b_0^* a_0 dt,$$

$$\ln \left(1 - \frac{a_0 + b_0^*}{a_0 b_0^*} a_t^* \right) = -k(a_0 + b_0^*)t,$$

и окончательно:

$$a_t^* = \frac{a_0 b_0^*}{a_0 + b_0^*} [1 - e^{-k(a_0 + b_0^*)t}] \quad (33)$$

Из (33) можно вычислить равновесную концентрацию a_∞^* :

$$\text{при } t \rightarrow \infty \quad a_\infty^* = \frac{a_0 b_0^*}{a_0 + b_0^*} \quad (34)$$

Такой же результат можно получить из уравнения изотермы изотопного обмена (28).

Если ввести безразмерную относительную концентрацию

$$F = \frac{a_t^*}{a_\infty^*} \quad \text{и обозначение } r = k(a_0 + b_0^*), \quad (35)$$

то получим из (18):

$$F = 1 - e^{-rt} \quad (36)$$

Это уравнение и выражает экспоненциальный ход кинетической кривой. Константу $r = k(a_0 + b_0^*)$ будем называть **константой кинетики изотопного обмена**. Как видно из (36), эта константа однозначно характеризует кинетику изотопного обмена.

В качестве объективного показателя, характеризующего изотопный обмен, можно ввести величину **периода полуобмена**.

Период полуобмена — это время, в течение которого контролируемая концентрация меченого вещества достигает половины значения от равновесной концентрации. Иначе говоря, период полуобмена — это время, при котором $F = 0,5$.

Из (36) легко установить связь между периодом полуобмена и константой изотопного обмена:

$$T_{1/2} = \frac{\ln 2}{r} = \frac{0,693}{r} \quad (37)$$

Вернемся к рассмотрению уравнения (33). Представляет интерес рассмотреть случай, когда исходные концентрации немеченого и меченого соединений эквимольны, т. е. выполняется начальное условие:

$$a_0 = b_0 \quad (38)$$

Для такого случая получаем следующую формулу:

$$a_t^* = \frac{1}{2} b_0^* (1 - e^{-2kb_0^* t}) \quad (39)$$

При равновесии, когда $t \rightarrow \infty$, из (19) и (39) имеем:

$$a_\infty^* = \frac{1}{2} b_0^* = \frac{1}{2} a_0 = b_\infty^* \quad (40)$$

т. е. меченый ион поровну распределится между соединениями AH^* и BH^* , а контролируемая равновесная концентрация a_∞^* будет равна половине от начальной концентрации меченого соединения BH^* .

Как уже было отмечено выше, кинетика изотопного обмена может в некоторых случаях определяться скоростью диффузии. При диффузионной кинетике изотопного обмена нужно составлять уже другие дифференциальные уравнения. Точные дифференциальные уравнения, описывающие явления диффузии, дают сложные решения. Поэтому для практических целей можно пользоваться приближенными уравнениями. Одно из таких приближенных уравнений мы запишем в следующем виде:

$$\frac{da^*}{dt} = \beta (b^* - b_p^*) \quad (41)$$

где β — константа скорости диффузии, b_p^* есть концентрация соединения BH^* , равновесная с концентрацией соединения AH^* в данный момент, т. е. a^* и b_p^* связаны друг с другом уравнением изотермы изотопного обмена:

$$b_p^* = \frac{b}{a} a^* \quad (42)$$

Поясним физический смысл взятого уравнения (41).

Молекулы двух химических соединений, между которыми происходит изотопный обмен, пространственно разделены. Диффузия меченого соединения BH^* происходит в свободном пространстве между молекулами обоих соединений.

Средняя неравновесная концентрация свободно блуждающих молекул соединения BX^* есть b^* . Но в местах, где происходит непосредственно акт изотопного обмена и образуются молекулы AX^* , концентрация молекул BX^* будет подвижной равновесной концентрацией по отношению к концентрации a^* .

Эту подвижную квазиравновесную концентрацию мы и обозначили через b_p^* . Так как движущей силой диффузионного процесса является градиент концентрации или просто разность концентраций в различных точках пространства, то, естественно, $b^* > b_p^*$. Уравнение (41) выражает простое физическое предположение, что скорость диффузии пропорциональна разности устанавливающихся в процессе изотопного обмена неравновесной в межмолекулярном пространстве и квазиравновесной (вблизи мест изотопного обмена) концентраций. Константа скорости диффузии β зависит от константы взаимной диффузии обменивающихся молекул и среднего пути диффузии, а также от тех условий, в которых происходит изотопный обмен. На вопрос о том, как производится оценка константы β , т. е. как устанавливаются все эти зависимости для константы β , мы не останавливаемся. Отметим лишь, что константа β должна быть пропорциональна константе диффузии.

Уравнение (41) можно рассматривать как приближенный вариант известного из курса физики уравнения диффузии Фика. Константу скорости диффузии β в дальнейшем будем рассматривать как некоторую феноменологическую константу, характеризующую скорость диффузионного изотопного обмена.

Используем уравнение (41) для вывода уравнения кинетической кривой: $a^* = f(t)$. Видоизменим сначала уравнение изотермы (42). Для этого напомним соотношения (17) и (18), которые должны соблюдаться при любых условиях: и при равновесии и при отсутствии равновесия. Имеем:

$$\frac{b_p^*}{a^*} = \frac{b}{a} = \frac{b_0^* - b_p^*}{a_0 - a^*} = \frac{b_0^*}{a_0}, \quad (43)$$

исходя из математических свойств пропорций. Получаем:

$$b_p^* = \frac{b_0^*}{a_0} a^* \quad (44)$$

Далее, согласно (20):

$$b^* = b_0^* - a^*. \quad (45)$$

Подставляя (44) и (45) в (41), получим:

$$\frac{da^*}{dt} = \beta \left(b_0^* - a^* - \frac{b_0^*}{a_0} a^* \right) \quad (46)$$

откуда

$$\frac{da^*}{dt} = \beta b_0^* \left(1 - \frac{a_0 + b_0^*}{a_0 b_0^*} a^* \right) \quad (47)$$

Интегрируя (47) в тех же пределах, которые мы применяли при интегрировании уравнения (26), получим следующий вид функции:

$$a_t^* = \frac{a_0 b_0^*}{a_0 + b_0^*} \left[1 - e^{-\beta \left(\frac{a_0 + b_0^*}{a_0} \right) \cdot t} \right] \quad (48)$$

Как видно, полученное уравнение (48) такого же типа, как и уравнение (33), то есть и в случае диффузионной кинетики мы приходим к экспоненциальной зависимости, выраженной в общем виде уравнением (36). Только в случае диффузионной кинетики константа кинетики изотопного обмена $\gamma = \beta(a_0 + b_0^*)/a_0$.

Приведенные результаты наглядно показывают, что при экспериментальном исследовании кинетики изотопного обмена нелегко выяснить истинную природу кинетики изотопного обмена.

Как в случае химической, так и в случае диффузионной кинетики могут получиться одинаковые экспериментальные кинетические кривые экспоненциального типа.

Если же не углубляться в вопрос о природе кинетики изотопного обмена, то уравнение (36) можно рассматривать как полуэмпирическое уравнение с одной эмпирической константой γ , которая и может служить объективным показателем скорости изотопного обмена. Для экспериментального определения этой константы кинетики изотопного обмена необходимо получить экспериментальные значения величины F для различных моментов времени t . Для удобства графического представления кинетической кривой и определения константы γ следует линеаризовать уравнение (36). Из (21) имеем:

$$-\ln(1 - F) = \gamma t. \quad (49)$$

Откладывая в полулогарифмическом масштабе величины $-\ln(1 - F)$ для соответствующих моментов времени, в случае наблюдения экспоненциального закона кинетики мы должны

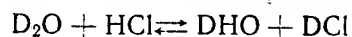
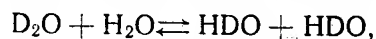
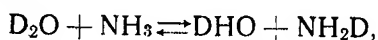
получить прямую линию. По наклону этой прямой легко определяется константа кинетики изотопного обмена γ . А затем по формуле (37) может быть рассчитана и величина периода полубомена $T_{1/2}$. Для временной характеристики кинетики изотопного обмена можно ввести величину **времени установления равновесия** $t_{\text{равн}}$. Однако при этом надо иметь в виду, что процесс установления равновесия есть процесс асимптотический и теоретически наступает при $t \rightarrow \infty$. Практически же нужно выбрать какой-либо критерий установления равновесия. Таким критерием может служить, например, точность метода определения контролируемой концентрации. Пусть контролируемая концентрация a^* определяется с такой точностью, что ошибка для относительной концентрации F составляет $\pm 0,01$. Тогда за время установления равновесия мы примем время, в течение которого будет достигнута концентрация $F = 0,99$. Тогда согласно (49):

$$t_{\text{равн}} = -\frac{\ln(1-F)}{\gamma} = -\frac{\ln 0,01}{\gamma} = \frac{4,606}{\gamma} = \frac{4,606 \cdot T_{1/2}}{0,693} = 6,65 T_{1/2}$$

Выше мы в качестве контролируемой концентрации брали концентрацию a^* . Но в качестве контролируемой концентрации можно взять и концентрацию b^* . Пользуясь зависимостью (19), легко вывести кинетическую формулу для b^* . Впрочем можно по той же зависимости (4) перейти от b^* к a^* :

$$a^* = b^* - b^* \quad (51)$$

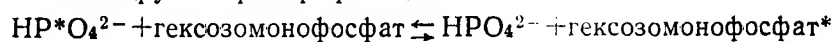
При современном состоянии научных знаний о кинетике химических реакций, в том числе и реакций изотопного обмена, невозможно теоретически предсказать время установления равновесия или другие кинетические параметры для различных систем. Все кинетические характеристики определяются экспериментально. Для разных систем оно колеблется в очень широких пределах — от практически мгновенного установления равновесия до очень медленных реакций, идущих годами. Например, реакции:



протекают практически мгновенно, в то время как, например, для реакции:

$\text{Fe}^*\text{Cl}_3 + \text{Fe(III) протопорферин} \rightleftharpoons \text{FeCl}_3 + \text{Fe}^*(\text{III) протопорферин}$ период полуобмена составляет более двух лет. Полученные обширные данные по изотопному обмену Fe^* с веществами крови, содержащими Fe, показывают, что изотопный обмен протекает весьма длительно.

Или другой пример: реакция:



имеет период полуобмена более 18 часов.

Мы специально остановились на вопросе о кинетике изотопного обмена, имея в виду чрезвычайную важность этого вопроса для биохимии и физиологии. Только благодаря применению метода меченых атомов биохимии и физиологии получили возможность исследовать кинетику и динамику процессов обмена веществ. В основе же этих процессов лежат законы кинетики химических реакций. На основе применения метода меченых атомов в биохимии и физиологии сейчас бурно развивается специальный раздел, посвященный изучению кинетики и динамики метаболизма. Для теоретической интерпретации данных, получаемых с помощью метода меченых атомов, а также для правильной постановки самих исследований с применением метода меченых атомов необходимо широкое привлечение сложного математического аппарата. Так, в настоящее время начали решаться многие задачи биохимии и физиологии, связанные с исследованием обменных фондов, циклов обмена и определением временных характеристик процессов обмена веществ в живых организмах.

УПРАЖНЕНИЕ 1

Изучение кинетики изотопного обмена серебра между осадком и раствором

Система «осадок AgCl — раствор AgNO_3 » является гетерогенной системой. Можно предсказать некоторые качественные особенности реакции изотопного обмена серебра в такой системе. Осадок AgCl как твердая кристаллическая фаза на своей поверхности будет содержать обменные ионы Ag^+ . Эти обменные ионы будут вступать в реакцию изотопного обмена с ионами Ag^+ в растворе. Для того чтобы проследить этот изотопный обмен, необходимо серебро в одной из фаз гетерогенной системы надлежащим образом пометить. В качестве радиоактивного индикатора возьмем изотоп серебра-110 (период полураспада 270 дней).

Сущность работы в данном упражнении будет заключаться в следующем. Будет получен осадок Ag^*Cl , меченный изотопом серебра-110.

Равные порции этого осадка контактируются в течение разных периодов времени с раствором неактивного AgNO_3 . Проводят радиометрические определения активности раствора (раствор становится активным за счет перехода меченого серебра из осадка в раствор). На основании кинетической кривой изотопного обмена определяют константу кинетики изотопного обмена для взятой системы.

Поскольку легкообменивающимися ионами в данной системе будут ионы, расположенные на поверхности кристалликов Ag^*Cl , то такой обмен будет иметь экстракристаллический (или экстрамицеллярный) характер. Эта экстракристаллическая стадия изотопного обмена должна быть относительно быстрой. Она будет зависеть от прочности связи ионов серебра с осадком и от времени диффузии ионов серебра в растворе. Вслед за первой стадией изотопного обмена начнется вторая стадия обмена, связанная с очень медленной диффузией обменивающихся ионов серебра внутрь кристалликов AgCl и из них в раствор, а также перекристаллизацией AgCl . Когда в процессе изотопного обмена есть такие две стадии, из которых одна довольно быстрая, а другая очень медленная, то устанавливающееся для быстрой стадии равновесие является относительным, кажущимся. В данном опыте у нас будет именно такое «кажущееся» равновесие.

Оборудование и реактивы

1. Противень, покрытый фильтровальной бумагой.
2. Защитный экран из свинцового стекла и набор дистанционного инструмента*.
3. Фарфоровая кружка для радиоактивных отбросов.
4. Пробирки с пробками.
5. Бюретка.
6. Пипетка на 1 мл со шприцем.
7. Химический стакан.
8. Электрическая плитка.
9. Встряхивательный аппарат.
10. Центрифуга.
11. Микропипетка на 0,2 мл.
12. Чашечки из алюминиевой фольги.

* Изотоп серебра-110 является гамма-излучателем.

13. Счетная установка Б-2.

14. Препарат радиоактивного серебра-110 в форме AgNO_3 с удельной активностью раствора около 1 мкК/мл и содержанием менее 0,01 мг Ag /мл.

15. Растворы: AgNO_3 (0,05н), HCl (1%).

Выполнение работы

1. Раствор 0,05 н AgNO_3 вливают из бюретки по 5 мл в пробирки (10 штук) и добавляют туда же по 1 мл радиоактивного раствора Ag^*NO_3 для индикации серебра.

2. В стакан с кипящей водой опускают пробирки с раствором Ag^*NO_3 .

3. Производят осаждение Ag^*Cl в пробирках, прибавляя по каплям около 2 мл раствора HCl (1%).

4. Осадок центрифугируют и проверяют полноту осаждения, прибавляя к осветленному раствору 1 каплю раствора HCl . В случае полноты осаждения осветленный раствор осторожно сливают, и осадок промывают холодной водой для удаления хлор-ионов. Для этого пробирки закрывают пробкой и встряхивают на встряхивательном аппарате, а затем снова центрифугируют и сливают промывные воды с осадка. Эту операцию продолжают до тех пор, пока проба промывных вод на присутствие хлор-ионов (индикатор-раствор AgNO_3) не даст отрицательный результат.

5. К приготовленным таким образом осадкам Ag^*Cl в каждую пробирку добавляют по 5 мл 0,05н AgNO_3 и замечают время. Пробирки закрывают пробками и устанавливают в аппарат для встряхивания. Производят встряхивание содержимого пробирок.

6. Через каждые 30 минут из пробирок отбирают пробы для радиометрического определения активности раствора. Для этого, не останавливая встряхивательного аппарата, вынимают из гнезда одну пробирку и быстро вставляют ее в центрифугу. После центрифугирования отбирают из осветленного слоя раствора пробу 0,2 мл и вносят ее в чашечку из фольги с кружочком фильтровальной бумаги на дне. Нанесенный раствор в чашечке выпаривают под инфракрасной лампой, и определяют активность пробы на счетной установке в стандартных условиях. Для большей точности измерений желательно брать пробы с 4—5-кратной повторностью. Результаты радиометрических определений вносят в таблицу 10.

Таблица 10

Измерение активности проб раствора Ag^*NO_3

Дата измерения:
 Тип установки: № установки:
 Тип счетчика: № счетчика:
 Фон счетчика $N_\Phi =$ имп/мин.

№	Астрономич. время	Время изотоп- ного обмена в мин.	Время из- мерения t мин.	α (b)	n	N	K	N_0	$N_{\text{пр}} = N_0 - N_\Phi$

У к а з а н и е: Все радиоактивные материалы и отбросы после окончания препаративной работы и проведения измерений следует сразу же сдать лаборанту.

7. По результатам измерений находят максимальные значения активности раствора. Критерием установления равновесия экстракристаллического изотопного обмена будет примерно одинаковая активность последних 3-х проб. По этим 3-м последним измерениям рассчитывают среднюю активность равновесного раствора.

У к а з а н и е: Рекомендуется последние 4 пробы раствора брать через интервалы времени 1 час. Этим самым с большей надежностью будет установлено состояние «кажущегося» экстракристаллического равновесия.

Определив среднее значение активности равновесного раствора, далее рассчитывают относительные концентрации $F = a_1^* / a_x^*$.

Полученные значения величины F записывают в таблицу 11.
Далее производят расчеты, указанные в таблице 11, а именно: вычисляют величины $(1-F)$, $-\lg(1-F)$ и $-\ln(1-F)$.

Таблица 11

Кинетика изотопного обмена в системе
 Ag^*Cl (тв. фаза) \rightleftharpoons AgNO_3 (раствор)

Время изотопного обмена в мин.	Активность раствора Ag^*NO_3 в нмп/мин.	F	$1-F$	$-\lg(1-F)$	$-\ln(1-F)$

8. Строят два графика: $F=f(t)$ (рис. 21) и $-\ln(1-F)=f(t)$ (рис. 20).

9. По первому графику определяют время полуобмена $T_{1/2}$ как показано на рис. 20. По значению $T_{1/2}$ рассчитывают

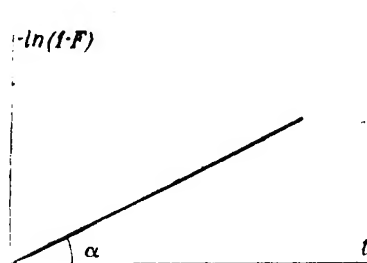


Рис. 20

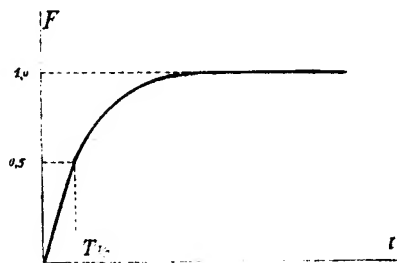


Рис. 21

константу кинетики изотопного обмена k , пользуясь формулой (37).

10. По второму графику (рис. 20) по тангенсу угла наклона прямой определяют константу кинетики изотопного обмена k и по формуле (37) рассчитывают время полуобмена $T_{1/2}$.

11. Сравнивают результаты определения Γ и $T_{1/2}$ двумя указанными графическими способами.

12. По формуле (50) производят приближенную оценку времени установления равновесия и сравнивают ее с полученной экспериментальной оценкой этой величины по результатам измерений.

УПРАЖНЕНИЕ 2

Определение обменной емкости поглощения ионообменной смолы методом изотопного обмена

Пусть имеется ионообменная смола, насыщенная каким-либо ионом X . Если привести эту смолу в контакт с раствором электролита, содержащим тот же самый, но меченый ион X^* , то будет происходить изотопный обмен такого же типа, который мы разбирали в теоретическом введении. Здесь, так же как и в предыдущем опыте, будет происходить гетерогенный изотопный обмен. В достаточном для опыта приближении будем изотопными эффектами пренебрегать и считать, что изотопный обмен является идеальным с константой равновесия, равной единице: $K=1$.

Введем следующие обозначения:

C^* и S^* —равновесные концентрации меченого иона в растворе и в смоле соответственно, C и S —равновесные концентрации немеченого изотопного иона в растворе и в смоле соответственно.

Уравнение изотермы изотопного обмена запишем в следующем виде:

$$\frac{S}{S^*} = \frac{C}{C^*} \quad (52)$$

Будем опыт ставить так, что в начальный момент меченый ион находился только в растворе. Тогда в силу эквивалентности обмена будем иметь:

$$C + C^* = C_0^*, \quad (53)$$

где C_0^* —начальная концентрация меченого иона в растворе,

$$S + S^* = S_0 \quad (54)$$

где S_0 —искомая обменная емкость поглощения смолы.

Пусть для опыта взята навеска смолы весом g граммов (в расчете на абсолютно сухой вес смолы) и объем раствора меченого иона v мл. По закону сохранения вещества

$$vC_0^* = gS^* + vC^* \quad (55)$$

Пользуясь системой уравнений (52—55), можно вывести формулу для определения искомой величины S_0 . Экспериментально определяют две величины C_0^* и C^* . Следовательно, все другие величины, входящие в указанную систему уравнений, должны быть исключены.

Из (52), (53) и (54) имеем:

$$S^* = C^* \frac{S_0}{C_0^*} \quad (56)$$

Подставляя (56) в (55), получим искомую формулу:

$$S_0 = \frac{v}{g} C_0^* \left(\frac{C_0^*}{C^*} - 1 \right) \quad (57)$$

В качестве радиоактивного изотопа можно взять любой подходящий изотоп, обеспечивающий метку данного иона.

В данном опыте возьмем изотоп рубидия-86.

Поскольку в формулу (57) входят в качестве множителя член разности концентраций, то для увеличения точности определения S_0 желательно подобрать такие количества смолы и раствора, чтобы C^* была бы близкой к $C^*/2$. Очевидно, что $C^* = C_0^*/2$ при условии:

$$vC_0^* = gS_0 \quad (58)$$

как это вытекает из (57).

Исследуемой смолой будет катионообменная смола КУ-2. Смола КУ-2 имеет ориентировочное значение обменной емкости 4—8 мг-экв/г смолы. Пользуясь этой цифрой, по условию (58) можно подсчитать, какой объем раствора и какую концентрацию C_0^* нужно взять, чтобы получить $C^* \approx C_0^*/2$.

Пример расчета: пусть дано $S_0 = 5$ мг-экв/г, $g = 1$ г, $v = 20$ мл; тогда нужно взять раствор с концентрацией меченого иона

$$C_0^* = \frac{5}{20} = 0,25 \text{ н.}$$

Оборудование и реактивы

1. Противень, покрытый фильтровальной бумагой.
2. Защитный экран из свинцового стекла и набор дистанционного инструмента*.
3. Фарфоровая кружка для радиоактивных отходов.
4. Химические стаканчики.
5. Фильтр Шотта.
6. Конические воронки для фильтрования.
7. Бюксы.
8. Колбочки на 25 мл с пробками.
9. Пипетка на 20 мл со шприцем.
10. Встряхивательный аппарат.
11. Микропипетка на 0,2 мл со шприцем.
12. Чашечки из фольги.
13. Смола КУ-2.
14. Радиоактивный раствор 0,2н Rb^*Cl с удельной активностью раствора около 0,1 мкК/мл.
15. Растворы: $RbCl$ (1 н), $AgNO_3$ (0,1 н).

Выполнение работы

1. Сперва нужно произвести насыщение смолы ионом Rb . Для этого берут навеску смолы КУ-2 в 10 г, помещают ее в химический стаканчик и заливают 50 мл раствора 1 н $RbCl$. Смола оставляется в растворе $RbCl$ на 12—24 часа.

Затем суспензию смолы переводят на фильтр Шотта и раствор отфильтровывают. Полное насыщение смолы нужно провести в динамических условиях. Для этого нужно смолу пропустить еще 50 мл раствора 1 н $RbCl$. Остатки $RbCl$ отмывают дистиллированной водой. Полноту промывки контролируют отсутствием реакции на ион Cl . Насыщенную ионом рубидия смолу выгружают из фильтра и высушивают до воздушно-сухого состояния. В таком виде смола будет готова к опыту.

2. Берут 6 навесок по 1 г воздушно-сухой смолы в Rb -форме. Одну навеску помещают в заранее взвешенный бюкс для определения влажности смолы. Остальные 5 навесок помещают в колбочки на 25 мл. Каждую навеску смолы заливают 20 мл радиоактивного раствора 0,25н Rb^*Cl .

3. Колбочки закрывают пробками и ставят в аппарат для встряхивания. Отмечают время начала встряхивания.

* Изотоп рубидий-86 является гамма-излучателем!

Таблица 12

Определение обменной емкости поглощения смолы КУ-2

Дата измерений:

Тип установки: . . . № установки: . . .

Тип счетчика: . . . № счетчика: . . .

$$V_H = \dots \theta; V_D \dots \theta; k = \dots$$

Фон счетчика $N_{\phi} = \dots$ имп/мин.

Астрономическое время	Время изотопного обмена в мин.	Время измерения в мин.	a (b)	n	N	K _r	N ₀	N _{np} =N ₀ ---N _ф
0*								

* В первую строчку записать активность исходного раствора 0,2N Rb*Cl.

Результаты расчетов:

Активность исходного раствора $x_0 =$ имп/мин.

Активность равновесного раствора $x = \dots$ имп/мин.

Отношение концентраций $\frac{C_0^*}{C^*} = \frac{x_0}{x} = \dots\dots\dots$

Значения других величин:

$V=20$ мл, $g=$ г абс. сух. смолы

$$C_0^* = 0,25 \text{ мг-экв/мл.}$$

$$S_0 = \frac{v}{g} C_0^* \left(\frac{X_0}{X} - 1 \right) = \dots$$

У к а з а н и е: Рекомендуется самим учащимся выбрать способ оценки ошибки в определении искомой величины.

4. Колбочки по очереди через каждые 30 минут снимают с встряхивательного аппарата. Растворы отфильтровывают и из них берут пробы по 0,2 мл для определения активности. Берется проба также из исходного радиоактивного раствора $0,25\text{н Rb}^*\text{Cl}$. Активности растворов определяют обычным способом (выпариванием проб на алюминиевых или стеклянных чашечках; рекомендуется на дно чашечек класть кружок фильтровальной бумаги). Результаты измерений записывают в таблицу 12.

У к а з а н и е: Изотоп рубидия-86 является гамма-излучателем. Поэтому в работе с этим изотопом нужно применять все меры техники безопасности при работе с гамма-активными веществами. После окончания препаративной работы и измерений немедленно все радиоактивные материалы и отбросы сдать лаборанту.

5. Из результатов измерения активности растворов выбирают для дальнейших расчетов последние совпадающие значения активностей. Совпадающие значения активностей последних проб есть признак установления равновесия в системе. Вычисляют среднее значение активности равновесного раствора.

6. По формуле (57) вычисляют искомую емкость поглощения смолы S мг-экв/г абсолютно сухой смолы. Результаты расчетов записываются также в таблицу 12.

ЛИТЕРАТУРА

1. С. З. Рогинский. Теоретические основы изотопных методов изучения химических реакций. Изд. АН СССР, 1956.
2. А. И. Бродский — Химия изотопов. Изд. АН СССР, 1952.
3. Использование радиоактивности при химических исследованиях. ИИЛ, М., 1954.
4. Краткая энциклопедия «Атомная энергия». Гос. научн. изд. «Большая советская энциклопедия». М., 1958.
5. В. И. Спицин, П. Н. Кодочигов, М. М. Голутвина, А. Ф. Кузина, З. А. Соколова — Методы работы с применением радиоактивных индикаторов. Изд. АН СССР, 1955.
6. Ан. Н. Несмеянов, В. И. Баранов, К. Б. Заборенко, Н. П. Руденко, Ю. А. Приселков. Практическое руководство по радиохимии. Госхимиздат, М., 1956.
7. С. Комар. Радиоактивные изотопы в биологии и сельском хозяйстве. ИИЛ, 1957.
8. С. Аронов. Изотопные методы в биохимии. ИИЛ, 1959.
9. В. В. Рачинский, А. Г. Трещов, И. В. Колосов, Т. П. Шитт — Практикум по применению изотопов и излучений в сельском хозяйстве. Выпуск IV, Изд. ТСХА, 1959.
10. И. Е. Старик. Основы радиохимии. Изд. АН СССР, 1959.

ОПЕЧАТКИ К IV ВЫПУСКУ

Стр.	Строка	Напечатано	Должно быть
15	9 снизу	При работе с гамма-активными и бета-активными изотопами больших энергий,	При работе с изотопами, испускающими гамма- и бета-излучения больших энергий,
25	18 снизу	на 25 мм	на 25 мм
27	10 снизу	$[\text{Co}(\text{NH}_3)_4]\text{X}_2$	$[\text{Co}(\text{NH}_3)_4]\text{X}_2$
27	9 снизу	$[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]\text{X}$	$[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]\text{X}_2$

ОПЕЧАТКИ К V ВЫПУСКУ

23	17 снизу	$J = J_0 \cdot e^{-\mu d}$	$N = N_0 \cdot e^{-\mu d}$
46	рис. 5	одновременной хроматографии	одномерной хроматографии
48	3 снизу	$R_F = \frac{h}{J+h}$	$R_F = \frac{h}{1+h}$
60	5 снизу	$1,6 \cdot 10^{-1}$	$1,6 \cdot 10^{-10}$
76	13 сверху	$\text{Hg}^{203} + \text{Hg}^{202} \rightarrow \text{Hg}^{202} + \text{Hg}^{203}$	$\text{Hg}^{203} + \text{Hg}^{202} \rightleftharpoons \text{Hg}^{202} + \text{Hg}^{203}$
81	16 сверху	$[\text{BX}^*]_0 = b_0$	$[\text{BX}^*]_0 = b_0^*$
83	8 снизу	$\frac{da^*}{dt} = k[(b_0^* - a^*)(a_0 - a^*) - a^{*2}]$	$\frac{da^*}{dt} = k[(b_0^* - a^*)(a_0 - a^*) - a^{*2}]$
84	17 снизу	то получим из (18):	то получим из (33):
85	5 сверху	$a_0 = b_0$	$a_0 = b_0^*$
85	8 сверху	из (19) и (39) имеем:	из (38) и (39) имеем:
87	8 сверху	$a_t^* = \frac{a_0 b_0^*}{a_0 + b_0^*} \times \left[1 - e^{-\beta \left(\frac{a_0 + b_0^*}{a_0} \right) t} \right]$	$a_t^* = \frac{b_0 b_0^*}{a_0 + b_0^*} \times \left[1 - e^{-\beta \left(\frac{a_0 + b_0^*}{a_0} \right) t} \right]$
87	6 снизу	Из (21) имеем:	Имеем:
88	17 сверху	$t_{\text{равн.}} = \dots = 6,65 \cdot T_{1/2}$	$t_{\text{равн.}} = \dots = 6,65 \cdot T_{1/2} (50)$
88	16 снизу	по той же зависимости (4)	по той же зависимости
93	3 сверху	$(1-F), -\lg(1-F)$ и $-\ln(1-F)$.	$(1-F), -\lg(1-F)$ и $-\ln(1-F)$.
93	4 сверху	$-\ln(1-F)$	$-\ln(1-F)$
93	7 сверху	на рис. 20	на рис. 21
94	13 снизу	C^* и S^*	C и S
95	14 снизу	C_0	S_0
95	13 снизу	близкой к $C^*/2$	близкий к $C_0^*/2$
96	16 снизу	фильтур Шотта	фильтр Шотта
96	14 снизу	Для этого нужно смолу	Для этого нужно через смолу
96	1 снизу	рубидий-86	рубидий-86

ОГЛАВЛЕНИЕ

Предисловие	3
Работа № 1. Приготовление раствора с заданной удельной актив- ностью и концентрацией меченого элемента.	5
Работа № 2. Определение радиохимической чистоты радиоактив- ных препаратов.	19
Работа № 3. Метод изотопного разведения	59
Работа № 4. Метод радиометрического титрования	66
Работа № 5. Изучение изотопного обмена	74

Цена 3 руб.

Т 113584 13/IV 60 г. Объем 6 1/4 в. л. Тип ТУХА. Зак. 3021. Тир. 5000.

Sanitized Copy Approved for Release 2011/01/24 : CIA-RDP80T00246A057500110001-1

Цена 3 руб.